



**Joana Daniela  
Fernandes Machado**

**Estudo da influência da pressão de compactação no  
processo de prensagem e das curvas de cozedura  
em peças de grés porcelânico**





**Joana Daniela  
Fernandes Machado**

**Estudo da influência da pressão de compactação no  
processo de prensagem e das curvas de cozedura  
em peças de grés porcelânico**

Relatório de estágio apresentado à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Materiais, realizada sob a orientação científica do Doutor João António Labrincha Baptista (professor associado com agregação) e do Doutor Rui Miguel Teixeira Novais (Investigador) do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro e com a supervisão industrial do Engenheiro Fernando Camarinha, Diretor Industrial da Pavigrés II.



Dedico este trabalho à minha família e a todas as pessoas que de uma maneira ou de outra contribuíram para a minha formação pessoal e profissional.



**o júri**

**presidente**

Professor Doutor Pedro Manuel Lima de Quintanilha Mantas  
Professor Auxiliar do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica,  
Universidade de Aveiro

Professor Doutor Manuel Joaquim Peixoto Marques Ribeiro  
Professor Adjunto na Escola Superior de Tecnologia e Gestão,  
Instituto Politécnico de Viana do Castelo

Professor Doutor João António Labrincha Baptista  
Professor Associado com Agregação do Departamento de Engenharia de  
Materiais e Cerâmica, Universidade de Aveiro





## **agradecimentos**

Expresso o meu profundo agradecimento a todas as pessoas que contribuíram para a elaboração deste trabalho.

Aos meus orientadores, Eng. Fernando Camarinha, Professor João Labrincha e Dr. Rui Novais agradeço a orientação neste estágio, a disponibilidade que sempre foi demonstrada, o apoio técnico e palavras de incentivo.

Agradeço à empresa Pavigrés, a oportunidade concedida para a realização deste trabalho e deixo um agradecimento especial aos seus colaboradores, a disponibilidade demonstrada ao longo do estágio.

À minha colega de laboratório e amiga, Tânia Reis, o meu mais sincero obrigado, pelos ensinamentos transmitidos, pelo apoio incondicional, pela ajuda na integração na empresa e pelo incentivo dado durante todo este percurso, dentro e fora da empresa.

À Eng.<sup>a</sup> Tânia Silva e à minha colega de laboratório, Adriana Lopes, agradeço os ensinamentos transmitidos e o apoio prestado em laboratório.

Aos investigadores João Carvalheiras, Jorge Carneiro e ao meu colega André Capitão agradeço o apoio e ajuda na realização dos ensaios experimentais.

À Mestre Ana Ribeiro pela ajuda durante a realização dos ensaios experimentais.

Um agradecimento especial à minha família pelo apoio incondicional.

Aos meus amigos, muito obrigado. Vocês foram parte do meu percurso académico e ajudaram-me a superar dificuldades que foram aparecendo. Tornaram este percurso uma etapa inesquecível e foram peças fundamentais.



## palavras-chave

Grés porcelânico, prensagem, compactação, sinterização, porosidade.

## resumo

O presente trabalho teve dois objetivos. Um deles foi o acompanhamento do dia-a-dia da unidade fabril, tendo sido descrito o processo industrial que engloba o fabrico de mosaicos de grés porcelânico, nomeadamente os procedimentos efetuados em cada fase do processamento, desde a chegada das matérias-primas, até ao controlo de qualidade dos produtos, incluindo os ensaios de controlo nas diversas fases.

O objetivo seguinte prendeu-se com o estudo da influência da pressão de compactação nas características tecnológicas do produto, nomeadamente a sua resistência mecânica. Foram conformados provetes numa miniprensa, utilizando diferentes pressões de compactação (400, 450, 490 e 500 bar) tendo sido determinados parâmetros como a tensão de rutura à flexão, em verde e cozido, retração linear e absorção de água dos provetes. Foi também realizado um ensaio com peças conformadas em contexto industrial, utilizando duas pressões de compactação (440 e 490 bar).

Foi também avaliada a influência do ciclo de cozedura, nomeadamente da temperatura máxima (1140°C, 1160°C e 1180°C), na resistência mecânica de provetes prensados a 500 bar.

Foi observada uma melhoria na resistência mecânica com o aumento da pressão de compactação. Os valores mais elevados de tensão de rutura foram obtidos utilizando uma temperatura de 1140°C.



**keywords**

Porcelain stoneware, pressing, moulding, sintering and porosity.

**abstract**

The present work had two objectives. One of them, was follow the day-by-day of the manufacturing unit, and the industrial process was described, including the manufacture of porcelain stoneware tiles, namely the procedures performed at each stage of processing, from the arrival of the raw materials to the quality control of products, including the control tests at the various stages.

The following objective was related to the study of the influence of moulding pressure on the technological characteristics, namely mechanical resistance. The samples were pressed in the mini-press, with several moulding pressures, 400, 450, 490 and 500 bar, and parameters such as rupture modulus of green and fired bodies, linear shrinkage and water absorption were determined.

A test was made, in the industrial pressing at moulding pressures of 440 and 490 bar.

The influence of the sintering temperature on the mechanical strength, on bodies pressed at 500 bar, was also studied, with temperatures of 1140°C, 1160°C and 1180°C.

The rupture modulus of dry and fired bodies, the bulk density, the water absorption and linear shrinkage were also determined.

An improvement in mechanical strength has been observed with increasing moulding pressure. Contrary to the expected, it was at a sintering temperature of 1140°C that higher values of rupture modulus were observed.



## Índice

1.	O Fabrico de Pavimentos e Revestimentos .....	1
1.1.	Grupo Pavigrés, SA .....	1
1.2.	O Grés porcelânico .....	1
2.	Processamento Industrial .....	3
2.1.	Preparação da pasta.....	4
2.2.	Moagem.....	4
2.3.	Atomização.....	5
2.4.	Receção de matérias-primas.....	5
2.4.1.	Pó atomizado .....	6
2.4.2.	Vidrado.....	6
2.4.3.	Corantes .....	7
2.5.	Prensagem .....	8
2.5.1.	Alimentação das prensas.....	8
2.5.2.	Controlo da prensagem .....	10
2.6.	Secagem .....	10
2.6.1.	Controlo da secagem.....	11
2.7.	Vidragem e decoração.....	12
2.7.1.	Decoração por rotocolor.....	14
2.7.2.	Impressão digital.....	14
2.8.	Cozedura .....	15
2.8.1.	Controlo após cozedura.....	16
2.9.	Polimento e retificação.....	18
2.10.	Escolha.....	19
2.11.	Embalagem e paletização .....	21
2.12.	Controlo de qualidade.....	21
3.	O processo de prensagem.....	22
3.1.	Etapas de um ciclo de prensagem – dupla carga .....	22
3.2.	Variáveis no processo .....	25
3.2.1.	Preparação do material.....	25
3.2.2.	Aditivos.....	27
3.2.3.	Fase de compactação .....	27

3.2.4. Influência da pressão de compactação na resistência mecânica .....	30
4. Cozedura .....	30
5. Caracterização do produto final.....	34
5.1. Fases presentes .....	34
5.2. Microestrutura .....	34
5.3. Resistência mecânica .....	35
6. Determinações efetuadas em laboratório .....	37
6.1. Determinação da humidade .....	38
6.2. Determinação da distribuição granulométrica.....	38
6.3. Determinação do resíduo ao peneiro .....	39
6.4. Determinação da fluidez – Taça Ford.....	39
6.5. Expansão após prensagem.....	39
6.6. Retração linear .....	40
6.7. Perda ao Rubro .....	40
6.8. Absorção de água.....	41
6.9. Resistência a manchas e químicos .....	41
6.9.1. Manchas .....	41
6.9.2. Resistência a produtos químicos .....	42
6.10. Abrasão superficial e abrasão profunda .....	42
6.10.1. Abrasão superficial .....	42
6.10.2. Abrasão Profunda .....	44
6.11. Determinação da tensão de rutura .....	44
6.12. Colorimetria .....	46
6.13. Teste do Escorregamento (pêndulo britânico) .....	46
6.14. Dataplucómetro.....	46
7. Parte experimental .....	47
7.1. Conformação de provetes.....	47
7.2. Cozedura dos provetes .....	48
7.3. Caracterização das amostras.....	49
7.3.1. Análise dilatométrica .....	49
7.3.2. Determinação das fases cristalinas .....	49
7.3.3. Determinação da absorção de água.....	49
7.3.4. Determinação da densidade aparente.....	50
7.3.5. Resistência à flexão .....	50



8.	Resultados .....	51
8.1.	Dilatometria.....	51
8.2.	Difração de raio-x.....	51
8.3.	Influência da pressão de compactação .....	53
8.3.1.	Ensaio na miniprensa .....	53
8.3.2.	Ensaio na prensa industrial.....	57
8.4.	Influência da temperatura de patamar (ciclo de cozedura) .....	60
9.	Conclusão .....	62
10.	Referências.....	64
11.	Anexos .....	68
11.1.	Anexo A.....	68
11.2.	Anexo B .....	69
11.3.	Anexo C .....	71
11.4.	Anexo D.....	73



## Lista de Figuras

<b>Figura 1</b> – a) Big bags de pó atomizado. b) Silos de armazenamento de pó atomizado.....	6
<b>Figura 2</b> - a) Cacharreta. b) - Aplicação do vidro padrão e do vidro rececionado na peça cerâmica.....	7
<b>Figura 3</b> - Prensa SACMI PH 4800.....	8
<b>Figura 4</b> – a) Balanças de corantes. b) Misturador.....	9
<b>Figura 5</b> – Silos de pó micronizado.....	9
<b>Figura 6</b> – a) Secador Sacmi. b) Saída de peças do secador.....	11
<b>Figura 7</b> - Exemplo do controlo dimensional em seco das peças de dimensão 600 mm x 1200 mm. No interior encontram-se os valores da espessura obtida nos cantos da peça, enquanto os restantes valores correspondem ao comprimento e largura.....	12
<b>Figura 8</b> – Técnica de rotocolor.....	14
<b>Figura 9</b> - Impressora digital Kerajet: a) cabeças de impressão; b) peça após impressão digital.....	15
<b>Figura 10</b> – a) Forno de rolos. b) Peças à saída do forno.....	16
<b>Figura 11</b> – Tipos de deformação permanente após cozedura: o incremento positivo é considerado favorável, enquanto o incremento negativo é considerado desfavorável. [9] .....	17
<b>Figura 12</b> – Linha de retificação: a) Máquina desbastadora; b) Rolos de nivelamento utilizados na zona superior das peças.....	18
<b>Figura 13</b> – Continuação da linha de retificação: a) Máquina de polimento, composta por cabeças abrasivas (b).....	18
<b>Figura 14</b> – Linha de retificação: a) Retificadora; b) Saída da retificadora.....	19
<b>Figura 15</b> - Exposição de porosidade após a etapa de polimento. [6].....	20

<b>Figura 16</b> - Embalamento de peças.....	21
<b>Figura 17</b> – Imagens da microestrutura (obtido por SEM) de uma peça fraturada: a) dual, ampliação de 30×; b) linear, ampliação de 100×.....	23
<b>Figura 18</b> - Sistemas de alimentação: a) Divario; b) Dual.....	23
<b>Figura 19</b> - a) Cunho superior, efeito matte. b) Cunho de tardoz.....	24
<b>Figura 20</b> - Equipamento para medição da velocidade de escoamento de pós ou granulados cerâmicos. [12].....	25
<b>Figura 21</b> - Relação entre fluidez e tamanho de grânulo. [13] .....	26
<b>Figura 22</b> - Influência do teor de humidade de uma massa cerâmica sobre a velocidade de fluxo. [12].....	26
<b>Figura 23</b> - Preenchimento do molde. [12].....	28
<b>Figura 24</b> - Mecanismos de compactação: a) Preenchimento do molde; b) Reordenação dos grânulos; c) Deformação e destruição dos grânulos; d) Reordenação das partículas no interior dos grânulos; e) Máximo empacotamento das partículas. [15].....	28
<b>Figura 25</b> - Curva de densificação de um granulado cerâmico, onde são apresentadas as pressões relativas a cada estágio de compactação, isto é, a de escoamento ( $P_y$ ) e de junção ( $P_j$ ). [14].....	29
<b>Figura 26</b> – Tensão de rutura de um corpo de grés porcelânico (após cozedura) em função da pressão de compactação. [18].....	30
<b>Figura 27</b> - Curva de cozedura típica de pavimento vitrificado de pasta branca, em forno de rolos rápido. [7].....	31
<b>Figura 28</b> – Representação gráfica de parâmetros medidos em amostras de grés porcelânico em função da temperatura de cozedura no intervalo de 1200 °C a 1300 °C: a) porosidade aberta (○), porosidade fechada (x) e porosidade total (●) e b) retração linear (●) e absorção de água (◆). [20].....	32

<b>Figura 29</b> – Variação da tensão de rutura em grés porcelânico em função da temperatura de cozedura (1200-1300°C). [21].....	33
<b>Figura 30</b> – Difrátograma de raio-x de um corpo de grés porcelânico sujeito a cozedura no intervalo 1260-1280°C (Q=quartzo;m=mulite). [13].....	34
<b>Figura 31</b> - Micrografias (SEM) da fratura de amostras de um corpo de grés porcelânico cozido a 1260°C. [20].....	35
<b>Figura 32</b> – Esquema da formação de fase líquida e do crescimento de cristais de mulite secundária a baixa e alta pressão de compactação. [18].....	36
<b>Figura 33</b> - Balança de determinação de humidade.....	38
<b>Figura 34</b> - Agitador de peneiros.....	38
<b>Figura 35</b> – Provete prensado e respetiva zona de medição.....	39
<b>Figura 36</b> – a) Abrasímetro; b) proveta com água, esferas de aço e corindum; c) esferas de aço de diferentes tamanhos utilizadas no ensaio de abrasão superficial.....	43
<b>Figura 37</b> – a) Abbralux [27]. b) Provetes expostos a ensaios de abrasão superficial.....	43
<b>Figura 38</b> – a) abrasímetro. b) provete sujeito ao ensaio de abrasão profunda.....	44
<b>Figura 39</b> - Tensómetro Crab-2.....	45
<b>Figura 40</b> - Pêndulo Britânico.[31].....	46
<b>Figura 41</b> – Miniprensa hidráulica Gabbrielli.....	47
<b>Figura 42</b> – Curva dilatométrica correspondente à pasta (pó atomizado) utilizado na conformação de provetes.....	51
<b>Figura 43</b> - Difrátograma de raio-x do pó atomizado.....	52
<b>Figura 44</b> - Difrátograma de raio-x da amostra cozida em forno industrial.....	52
<b>Figura 45</b> – Tensão de rutura de amostras prensadas (em verde) em função da pressão de compactação.....	53
<b>Figura 46</b> - Tensão de rutura à flexão de amostras cozidas em função da pressão de compactação.....	54

<b>Figura 47</b> - Perda ao rubro de amostras conformadas com diferentes pressões de compactação.....	55
<b>Figura 48</b> – Retração seco-cozido de amostras conformadas a diferentes pressões de compactação.....	56
<b>Figura 49</b> - Tensão de rutura de peças secas de grés porcelânico em função da pressão de compactação.....	58
<b>Figura 50</b> - Tensão de rutura de peças de grés porcelânico cozidas em função da pressão de compactação.....	58
<b>Figura 51</b> - Retração seco-cozido de amostras de grés porcelânico em função da pressão de compactação.....	59
<b>Figura 52</b> - Perda ao rubro de amostras de grés porcelânico em função da pressão de compactação.....	59
<b>Figura 53</b> - Absorção de água de amostras de grés porcelânico (após cozedura) em função da pressão de compactação.....	60
<b>Figura 54</b> - Valores da tensão de rutura em função da temperatura de cozedura.....	61

## Lista de tabelas

<b>Tabela 1</b> - Características do grés porcelânico segundo as normas ISO. [3,4].....	2
<b>Tabela 2</b> - Classificação de ladrilhos cerâmicos vidrados.[28]... ..	43
<b>Tabela 3</b> - Velocidade de aquecimento, temperaturas de sinterização e tempo de patamar dos provetes conformados a 500 bar.....	49
<b>Tabela 4</b> - Valores de absorção de água de amostras conformadas com diferentes pressões de compactação e cozidas industrialmente.....	56
<b>Tabela 5</b> - Densidade aparente e absorção de água dos provetes sinterizados às temperaturas de 1140, 1160 e 1180°C.....	60
<b>Tabela 6</b> - Retração seco/cozido das amostras em função da temperatura de cozedura.....	61
<b>Tabela A.1</b> - Tabela de conversão utilizada na miniprensa Gabbrielli.....	68
<b>Tabela A.2</b> - Valores de pressão específica no pó, obtenção da força de prensagem e valores correspondentes de pressão no manómetro.....	68
<b>Tabela B.1</b> - Valores de tensão de rutura, carga de rutura, respetiva média e desvio padrão obtido com os provetes em verde, consoante as diferentes pressões de compactação.....	69
<b>Tabela B.2</b> - Valores de tensão de rutura, carga de rutura e respetiva média e desvio padrão obtido com os provetes em cozido prensados a diferentes pressões.....	69
<b>Tabela B.3</b> - Valores referentes à perda ao rubro calculados a partir da massa dos provetes secos e cozidos e respetiva média e desvio padrão.....	70
<b>Tabela B.4</b> - Valores da dimensão em seco e cozido dos provetes e respetiva retração linear, média e desvio padrão.....	70

<b>Tabela B.5</b> - Valores de massa dos provetes sinterizados e ensopados e respetiva absorção de água, média e desvio padrão consoante as diferentes pressões de compactação.....	71
<b>Tabela C.1</b> – Valores de tensão e carga de rutura obtidos com o ensaio realizado com as peças em seco e respetiva médias e desvio padrão.....	71
<b>Tabela C.2</b> – Valores de tensão e carga de rutura obtidos com o ensaio realizado com as peças sinterizadas e respetiva média e desvio padrão.....	72
<b>Tabela C.3</b> - Valores da dimensão em seco e cozido das peças e respetiva retração linear, média e desvio padrão.....	72
<b>Tabela C.4.</b> - Valores de massa das peças secas e sinterizadas obtidos e respetiva perda ao rubro, média e desvios padrão.....	72
<b>Tabela C.5</b> - Valores de massa de peças sinterizadas e ensopadas e respetiva absorção de água, média e desvio padrão.....	73
<b>Tabela D.1</b> – Valores de massa dos provetes sinterizados com diferentes temperaturas de patamar, massa aparente dos mesmos e da respetiva densidade aparente, média e desvio padrão.....	73
<b>Tabela D.2</b> – Valores de massa dos provetes cozidos e húmidos e respetiva absorção de água.....	74
<b>Tabela D.3</b> – Dimensão dos provetes em seco e cozido e respetiva retração linear, média e desvio padrão.....	74
<b>Tabela D.4</b> - Velocidade de aplicação da carga, tensão e carga de rutura e respetiva média e desvio padrão, obtidos a partir de provetes sinterizados a diferentes temperaturas.....	75



## **1. O Fabrico de Pavimentos e Revestimentos**

### **1.1. Grupo Pavigrés, SA**

Foi em 2004 que o Grupo Pavigrés teve origem com a fusão da Pavigrés, Grespor e Cerev, tendo sido fundadas em 1978, 1988 e 1991, respetivamente.

É uma empresa totalmente privada e emprega cerca de 600 trabalhadores. O grupo exporta, em média, cerca de 94% do que produz: mosaico porcelânico vidrado (Pavigrés), revestimento em monocozedura rápida de pasta branca (Cerev) e porcelânico técnico e decorado (Grespor), onde têm concentrado o investimento. [1]

A 1 de Junho de 2018 a Feri & Masi passou a ser uma marca produzida pela unidade fabril Pavigrés II, tornando-se parte do Grupo Pavigrés. Esta é uma empresa especializada na produção de pavimento e revestimento em grés porcelânico. Situada na zona industrial de Bustos, implantada numa área de 70 000 m<sup>2</sup> e com uma capacidade de produção anual de 2 500 000 m<sup>2</sup>, fabrica porcelânico utilizando a técnica de dupla-carga com recurso a redução granulométrica. Apresenta produtos vidrados e não vidrados e estes encontram-se em projetos espalhados pelo mundo, como por exemplo na Arábia Saudita, Holanda, França e Reino Unido. [2]

### **1.2. O Grés porcelânico**

O grés porcelânico é um material cerâmico que surgiu na década de 80 em Itália, sendo designado por *porcellanato*. Tem vindo a sofrer transformações que o tornaram num material de características modernas e versáteis. Destacam-se as seguintes:

- Resistência à abrasão;
- Resistência ao gelo-degelo;
- Resistência a ácidos e álcalis;
- Impermeabilidade.

Na tabela 1 são apresentados os valores mínimos de absorção de água, carga e módulo de rutura e resistência à abrasão do grés porcelânico técnico, segundo a NP EN 14411:2017, ISO 13006:

**Tabela 1** - Características do grés porcelânico segundo a NP EN 14411:2017, ISO 13006. [3]

<b>Norma de ensaio</b>	<b>Característica técnica</b>	<b>Grés porcelânico técnico</b>
<b>ISO 10545-3</b>	Absorção de água	$\leq 0,5\%$
<b>ISO 10545-4</b>	Carga de rutura para espessuras $\geq 7,5\text{mm}$	$\geq 1300\text{N}$
<b>ISO 10545-4</b>	Carga de rutura para espessuras $< 7,5\text{mm}$	$\leq 700\text{N}$
<b>ISO 10545-4</b>	Módulo de rutura	$\geq 35\text{N/mm}^2$
<b>ISO 10545-6</b>	Resistência à abrasão profunda	$\leq 175$ volume removido ( $\text{mm}^3$ )

O grés porcelânico assemelha-se à pedra natural, tendo características superiores ao mármore e ao granito, nomeadamente, superior resistência química, tornando-se adequado para pavimentos em laboratórios e indústrias; é impermeável, o que o torna mais resistente a manchas; possui elevada resistência à abrasão e mecânica, devido à quantidade de minerais duros presentes na sua composição, designadamente mulite; e possui menor espessura. O intervalo de temperaturas de cozedura varia entre 1150 e 1250°C. [4,5]

Este tipo de produto cerâmico pode desenvolver-se com vidrado (*glazed*) ou sem vidrado (*unglazed*). O grés porcelânico vidrado tem de apresentar valores de absorção de água  $\leq 0,5\%$ , enquanto o cerâmico não vidrado deve apresentar uma absorção de água  $\leq 0,1\%$ . [4]

Na Pavigrés II, o grés porcelânico vidrado e não vidrado apresenta valores de absorção de água inferiores ou iguais a 0,05%.

Uma pasta de grés porcelânico é constituída por uma mistura de argilas, feldspatos, areias feldspáticas e, por vezes, caulinos, filitos e aditivos. Os feldspatos têm a função de fundentes, gerando as primeiras fases líquidas durante a cozedura. São os responsáveis

pelo início do processo de densificação das peças, rodeando as partículas mais refratárias e aproximando-as devido às forças de tensão superficial geradas nos poros mais finos. Os caulinos e as argilas são ricos em alumina, o que potencia a formação de vidros sílico-aluminosos e mulite ( $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$ ), pequenas agulhas que servem como esqueleto e aumentam a resistência mecânica, proporcionam também plasticidade, permitindo a conformação das peças. [5]

Existem várias tipologias de revestimentos de grés porcelânico: monocromáticos, obtidas através da coloração da barbotina ou do pó atomizado; granitados: obtidos através da mistura de pós atomizados de diferentes cores; macrogranitados: obtidos através da mistura de pós atomizados com grânulos de grandes dimensões (1 a 8 mm) coloridos; duplo carregamento: obtidos através da mistura de pós micronizados de diferentes cores com distribuição aleatória conseguida da prensa, originando nuances de decoração superficial; e os sais solúveis: decoração superficial do produto com sais que desenvolvem cor. [5]

É um produto que combina características estéticas com elevado desempenho, sendo indicado para zonas de alto tráfego, áreas comerciais, garagens, escadas, entre outras. [4]

## **2. Processamento Industrial**

No processo de produção de pavimentos cerâmicos, tudo se inicia com a seleção das matérias-primas que darão origem ao produto final. Primeiramente, prepara-se a pasta, as matérias-primas sofrem moagem (as duras, nomeadamente as areias e feldspatos) ou diluição (as plásticas, como as argilas e caulinos) e seguidamente atomização até ser obtido um granulado que será utilizado no processo de conformação, neste caso, a prensagem. As peças são secas e podem ou não ser vidradas. Após este processo são sujeitas a cozedura. De seguida, podem ser polidas, retificadas, embaladas e, por último, passam pelo controlo de qualidade.

Na unidade fabril Pavigrés II, o pó atomizado utilizado na prensagem, assim como o vidrado utilizado na vidragem das peças é adquirido a terceiros, o que significa que os processos anteriores à prensagem não fazem parte do ciclo produtivo da unidade fabril.

Serão referidos seguidamente como fazendo parte do processo de fabrico de pavimentos cerâmicos, nomeadamente para elucidar acerca dos efeitos que podem provocar nas fases seguintes.

### **2.1. Preparação da pasta**

Inicialmente as matérias-primas são selecionadas, é necessário um adequado controlo para que a homogeneidade seja mantida e que se atendam às especificações. [4]

As matérias-primas começam por ser armazenadas em silos, sendo doseadas por pesagem a partir dos mesmos. Devido à aglomeração das matérias-primas plásticas é necessário proceder à sua diluição em água contendo agentes de desfloculação. [6]

### **2.2. Moagem**

Os materiais duros são moídos em moinhos *Alsing*, também conhecido por moinho de bolas. A moagem realiza-se em meio aquoso e na presença de desfloculantes onde, devido à rotação do moinho, os corpos moentes caem sobre os materiais a moer.

Nesta fase o controlo da granulometria deve ser mantido para que se garantam as condições de compactação e as características do produto após cozedura. [4]

As variáveis controladas na moagem são: densidade, viscosidade e resíduo ao peneiro (granulometria) da barbotina. Quanto menor a viscosidade, com uma densidade máxima, maior será a facilidade de descarga e peneiramento da barbotina. Nesta etapa é realizada a coloração do material, caso seja necessário. [5]

O grau de moagem, isto é, o controlo granulométrico, avalia-se através do resíduo ao peneiro. Quanto mais baixo for o resíduo, maior é a reatividade dos materiais, o que significa que a formação da fase líquida na cozedura será antecipada, gerando produtos de menor porosidade e retração mais elevada, para a mesma temperatura de cozedura.

Se o processo de moagem for ineficaz, a reatividade é comprometida, podendo dar-se o arrancamento de partículas na fase de polimento, afetando a resistência mecânica devido à formação de microporos no interior da peça. [4,5] Pelo contrário, se a moagem for

excessiva, as peças podem apresentar alta densidade aparente e resistência mecânica após secagem, e retração linear excessiva na cozedura. [5]

De seguida, a suspensão do moinho é bombeada para os tanques onde anteriormente se tinha efetuado a diluição dos materiais plásticos, dá-se a mistura das duas suspensões. É depois peneirada e segue para tanques de armazenamento.

É necessário manter a viscosidade da barbotina ajustada, para garantir a posterior estabilidade granulométrica do pó atomizado. [4]

### **2.3. Atomização**

Nesta fase, o objetivo é eliminar o excesso de líquido de processamento e obter um granulado com as propriedades adequadas à conformação por prensagem: humidade, distribuição granulométrica, densidade aparente e aptidão ao escoamento. [6]

Esta fase do processo influencia a fluidez do pó, dado que condiciona o formato, a humidade e tamanho dos grânulos obtidos. Afeta o enchimento do molde na prensa, condicionando a resistência mecânica em verde das peças, a ocorrência de desajustes dimensionais e a fissuração durante a cozedura. [5]

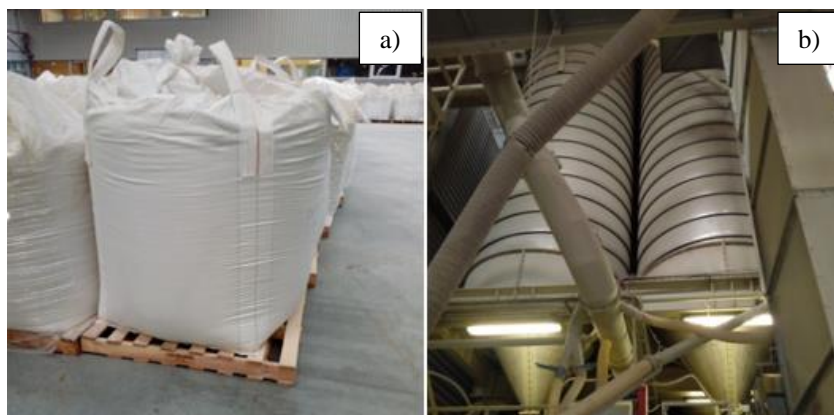
O pó é armazenado em silos para homogeneização da humidade. [5]

### **2.4. Receção de matérias-primas**

Na Pavigrés II, as matérias-primas principais utilizadas no fabrico de mosaicos consistem em pó atomizado, vidrado e corantes.

#### 2.4.1. *Pó atomizado*

O pó atomizado chega à unidade fabril em big bags ou cisternas e é armazenado em silos (figura 1).



**Figura 1** – a) Big bags de pó atomizado. b) Silos de armazenamento de pó atomizado.

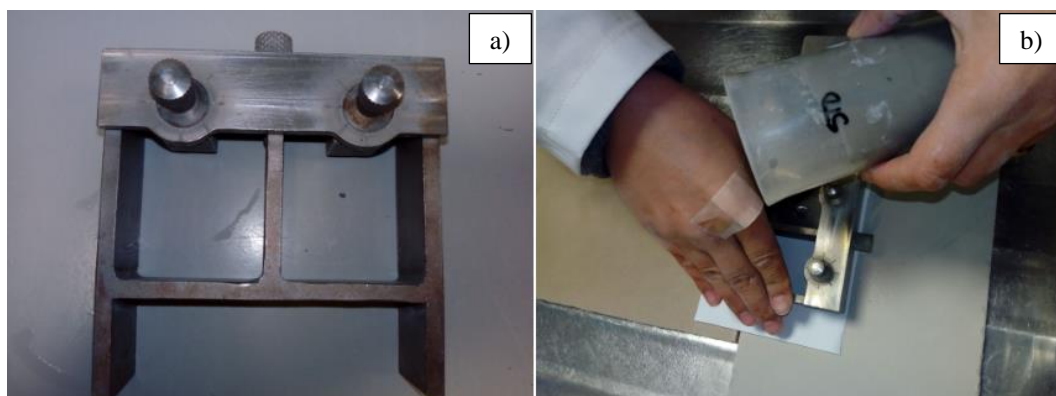
Na chegada de um novo lote, é entregue ao laboratório uma amostra do pó atomizado e provetes já prensados no estado seco. É controlada a sua humidade e a distribuição granulométrica, bem como o resíduo ao peneiro. São prensados provetes com o objetivo de controlar a expansão após prensagem, perda ao rubro, retração seco/cozido, absorção de água, tensão de rutura em verde, seco e cozido e por fim são efetuadas determinações colorimétricas.

#### 2.4.2. *Vidrado*

Existem vários tipos de vidro que são utilizados nas peças produzidas: o engobe, colocado diretamente no suporte; o vidro que é colocado em cima do engobe com o objetivo de impermeabilizar e decorar a peça; e o engobe de tardo. Estes são maioritariamente fornecidos por colorifícios mas também por outras unidades fabris do grupo e são entregues em tinhas de 500 ou 1000 L, alguns num estado neutro, outros já corados.

Na amostra entregue ao laboratório são controladas diversas propriedades: a viscosidade, através da taça Ford; a percentagem de sólidos, através de uma balança de

determinação de humidade; e a densidade da solução, usando um picnómetro. É então feita a sua aplicação à pistola numa peça, simulando a aplicação na linha. Noutra peça, é realizado o mesmo procedimento, mas com o vidro padrão. Após cozedura é feita uma comparação entre placas, a nível de cor (análise visual) e textura (através de toque). Quando existem diferenças consideráveis a nível de cor ou textura, a suspensão aquosa de sólidos finos é aplicada com uma cacharreta diretamente na peça (Figura 2).



**Figura 2** - a) Cacharreta. b) - Aplicação do vidro padrão e do vidro rececionado na peça cerâmica.

De um lado, o vidro padrão e do outro o vidro rececionado, estes devem possuir a mesma densidade, de modo a serem aplicados nas mesmas condições. Desta forma, desvanecem-se as dúvidas relativamente à forma de aplicação do vidro, isto é, se a diferença observada é proveniente da aplicação ou não, pois existem componentes no vidro que podem ficar retidos no bico da pistola, o que afeta o seu aspeto final.

#### 2.4.3. *Corantes*

Os corantes são fornecidos por colorifícios e são utilizados na coloração dos vidrados e do pó atomizado.

Quando é fornecido um corante, determina-se a sua humidade, procede-se à coloração via seca de pó atomizado, microniza-se e prensam-se provetes. Após secagem e cozedura a cor dos provetes é comparada com a cor de um corante padrão.

## 2.5. Prensagem

A Pavigrés II possui 3 prensas hidráulicas unidirecionais SACMI PH 4800 (Figura 3), com capacidade de prensagem até 4800 toneladas. Na prensagem, o objetivo é reduzir ao máximo a porosidade interna da peça, aplicando-se pressões de compactação que variam entre 380 a 490 kgf/cm<sup>2</sup>. A extração de peças é automática e a variação da densidade da peça deve ser mínima, evitando-se deformações e desvios dimensionais. [4]



**Figura 3** - Prensa SACMI PH 4800.

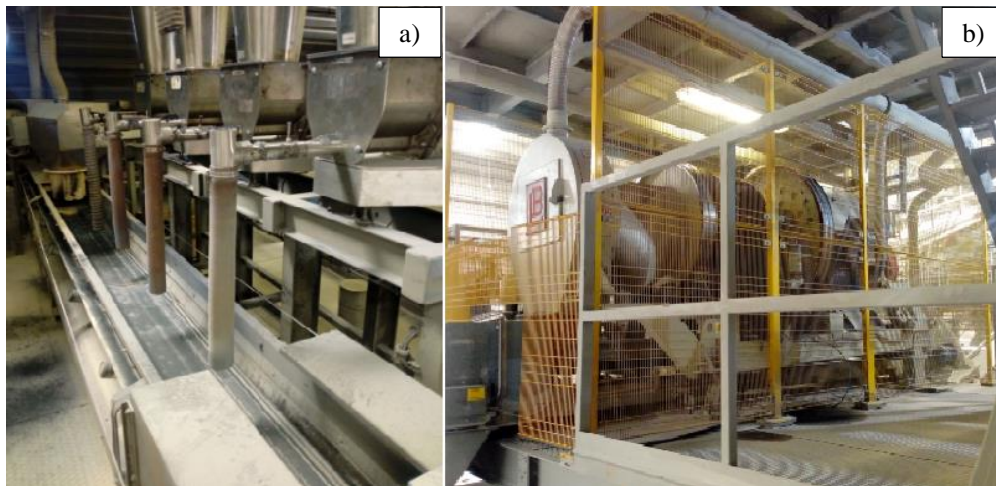
### 2.5.1. Alimentação das prensas

Como referido anteriormente, uma das matérias-primas mais utilizadas na produção de mosaicos é o pó atomizado. Este encontra-se armazenado em silos.

A prensa pode ser alimentada com pó atomizado e pó micronizado, corado ou não corado. Se o pó atomizado for corado, segue dos silos de grande capacidade onde se encontra armazenado, passa sob balanças que depositam os corantes na sua superfície (Figura 4a), em direção ao misturador, correndo através de uma tela. No misturador (Figura 4b) é feita a sua homogeneização e o pó é conduzido para silos que existem numa plataforma na zona superior de cada prensa. No entanto, se o pó atomizado não for corado, corre diretamente dos silos de maior capacidade através da tela, para os silos que se



encontram acima da prensa, evitando o circuito que passa pelas balanças de corantes e pelo misturador.



**Figura 4** - a) Balanças de corantes. b) Misturador.

Em relação ao pó micronizado, o processo é semelhante, a diferença está na moagem a que o pó é sujeito. Antes de ser conduzido à prensa, o pó atomizado corado passa por moinhos onde é micronizado e posteriormente armazenado em silos (Figura 5).



**Figura 5** - Silos de pó micronizado.

O processo de compactação dos ladrilhos será abordado com detalhe no capítulo seguinte.

### 2.5.2. *Controlo da prensagem*

O controlo do processo de prensagem, em laboratório, consiste na recolha de uma peça em verde, no registo do tipo de mosaico que está a ser produzido, isto é, a referência, as dimensões, o tipo de cunho que se utiliza, a pressão específica no pó e também a hora de recolha. É retirada uma amostra do pó atomizado da prensa, é determinada a sua humidade, a distribuição granulométrica e o tempo de escoamento, como medida da fluidez. Quanto à peça, determina-se a tensão de rutura via ensaios de flexão e na balança, a massa em verde. É ainda determinada a expansão pós-prensagem uma vez por semana a uma peça proveniente de cada prensa. Qualquer parâmetro fora dos intervalos estabelecidos é comunicado aos responsáveis pelo processo de prensagem.

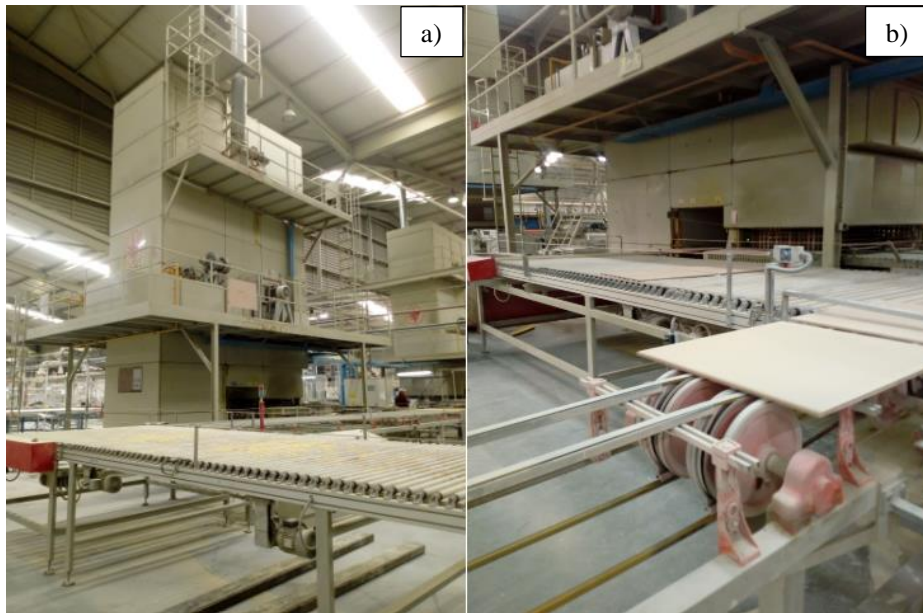
Em cada uma das prensas são controlados diversos parâmetros durante a prensagem de peças, entre os quais a espessura média das peças, bem como a pressão de prensagem. No entanto, é o sistema da prensa que controla a distribuição do pó ao longo do molde, isto é, apesar do operador poder escolher a espessura da peça, o sistema é responsável pela homogeneidade da sua distribuição. Se a peça apresentar diferenças na espessura pode dever-se ao desgaste dos cunhos, mas também a alterações na velocidade de escoamento do pó, afetada pela humidade do mesmo.

## 2.6. **Secagem**

No processo de secagem, a humidade residual é reduzida para valores inferiores a 0,5%, tendo como objetivos: aumentar a resistência mecânica das peças, permitindo que o produto possa suportar as solicitações mecânicas das etapas seguintes; garantir uma uniformidade térmica superficial e a distribuição homogénea da humidade nas peças, para que a absorção do líquido das suspensões dos vidrados seja uniforme em toda a superfície e para que a espessura de recobrimento seja uniforme; assegurar que a temperatura de descarga se mantém constante, para que as condições de formação da camada de vidro sejam constantes. [4]

Na Pavigrés II existem 3 secadores verticais (Figura 6). Após a prensagem, as peças entram no secador e são carregadas sobre planos de rolos. O secador possui diferentes zonas que levam a um aumento gradual da temperatura de secagem. A temperatura de

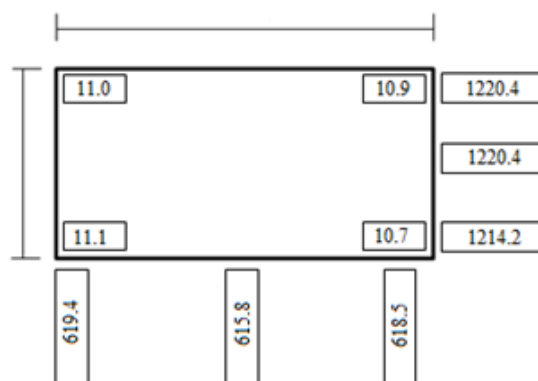
secagem varia entre 110 e 165°C dependendo da espessura das peças, no entanto, à saída a temperatura destas ronda os 60-70°C. Quanto maior for a espessura da peça, mais elevada é a temperatura a que esta estará sujeita no secador.



**Figura 6** – a) Secador Sacmi. b) Saída de peças do secador.

#### *2.6.1. Controlo da secagem*

À saída do secador é recolhida uma peça. É registada a referência do produto, o tipo de cunho utilizado e a hora de recolha. É determinada a tensão de rutura em seco e a humidade residual na zona central da peça. São determinadas as dimensões desta em três zonas ao longo do comprimento e da largura (Figura 7) e a espessura nos cantos. Os valores recolhidos são utilizados na determinação da retração seco/cozido. Nesta fase, a massa da peça é registada para controlo da perda ao rubro.



**Figura 7** - Exemplo do controlo dimensional em seco das peças de dimensão 600x1200 mm. No interior encontram-se os valores da espessura obtida nos cantos da peça, enquanto os restantes valores correspondem ao comprimento e largura (em mm).

## 2.7. Vidragem e decoração

Após a secagem, as peças seguem para a linha de vidragem. As peças que não são vidradas são armazenadas em *boxes* para serem colocadas no forno. As peças vidradas passam por diferentes etapas, onde se realiza a vidragem/decoração por diversas técnicas. Esta etapa consiste na aplicação, sobre o corpo cerâmico, de uma ou mais camadas de vidrado com espessura compreendida entre 75 e 500  $\mu\text{m}$ , conferindo às peças propriedades técnicas e estéticas tais como: impermeabilidade, facilidade de limpeza, brilho, cor, textura e resistência química. [7]

Para que exista aderência do vidrado à peça e para que se evitem poros no vidrado cozido, é importante eliminar o pó que possa estar depositado na superfície das peças devido às operações anteriores. Sendo assim, as peças passam por escovas rotativas que eliminam partículas aderentes. Antes da primeira aplicação de vidrado a superfície é pulverizada com água, de forma a existir um controlo da formação da película de vidrado. A consolidação da película de vidrado deve ocorrer o mais rapidamente possível, mas antes deve-se garantir que o ar que é removido dos poros do suporte pela ocupação da água absorvida e o que é transportado pela própria suspensão atinge a superfície da película de vidrado. [5]

O primeiro vidrado a ser aplicado nas peças, sob a forma de pulverização, é o engobe. A sua composição é bastante parecida com a do pó atomizado utilizado no suporte

e a sua aplicação provém da necessidade de branqueamento da superfície das peças, para maior nitidez dos efeitos visuais do vidrado aplicado de seguida, mas também para atenuar a diferença de coeficientes de dilatação térmica da pasta e do vidrado. O coeficiente de dilatação térmica da pasta deve ser superior ao do engobe e do vidrado; o vidrado deve apresentar o valor mais baixo evitando-se tensões de tração durante o arrefecimento no forno. [8]

Seguidamente é aplicada a segunda suspensão de vidrado e por último é aplicado o engobe de tardo, uma mistura refratária que é depositada nas áreas que contactaram com as correias sujas com vidrado. Desta forma, as peças não sofrem adesão aos rolos no forno e evitam-se os desalinhamentos na carga.

Os vidrados têm na sua composição matérias-primas inorgânicas, que se podem classificar de acordo com a sua função, nomeadamente formadores de vidro ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ), estabilizadores de rede ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), modificadores de rede ( $\text{ZnO}$ ,  $\text{PbO}$ , alcalinos, alcalino terrosos), opacificantes ( $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{SnO}_2$ ) e corantes ou pigmentos (óxidos/compósitos de metais de transição).[9]

A maioria dos vidrados usados no fabrico de pavimentos e revestimentos tem uma percentagem de fritas na sua composição. [7] Este produto é o resultado da mistura de matérias-primas e óxidos de elevado grau de pureza, submetidos à fusão a temperaturas que rondam os 1400/1500°C. Após fusão, ocorre arrefecimento brusco, em água ou ar, e devido ao choque térmico originam-se pequenos fragmentos vítreos (grânulos ou lâminas). [9] Esta utilização permite: reduzir a temperatura de maturação do vidrado, a utilização de ciclos de cozedura mais rápidos e reforçar a estabilidade e a qualidade da textura e/ou aspecto visual (brilho, opacidade ou mate). [10]

### *2.7.1. Decoração por rotocolor*

Após a aplicação do engobe, é feita a decoração. Nalguns modelos é utilizada a técnica de rotocolor (Figura 8), que consiste na impressão com um rolo em silicone que possui alvéolos transportando a tinta até às peças criando efeitos decorativos. No entanto, esta técnica caiu em desuso em detrimento da impressão digital.

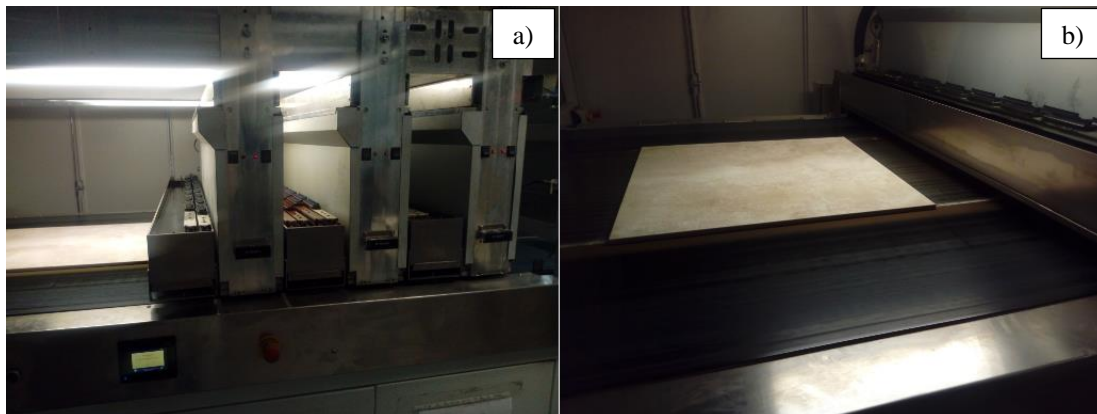


**Figura 8** – Técnica de rotocolor.

### *2.7.2. Impressão digital*

A unidade fabril possui duas máquinas de impressão digital. A partir das cabeças de impressão, consegue-se criar na peça uma imagem introduzida no computador, utilizando uma tecnologia semelhante à das impressoras convencionais em papel. Quando é feita a impressão, as peças têm uma temperatura de aproximadamente 50 °C para evitar a danificação das cabeças de impressão.

Na figura seguinte é possível observar as cabeças de impressão (Figura 9a) e o efeito criado na peça (Figura 9b).



**Figura 9** - Impressora digital: a) cabeças de impressão; b) peça após impressão digital.

Na linha são controladas a viscosidade, densidade e a quantidade de vidrado depositada em cada peça.

## **2.8. Cozedura**

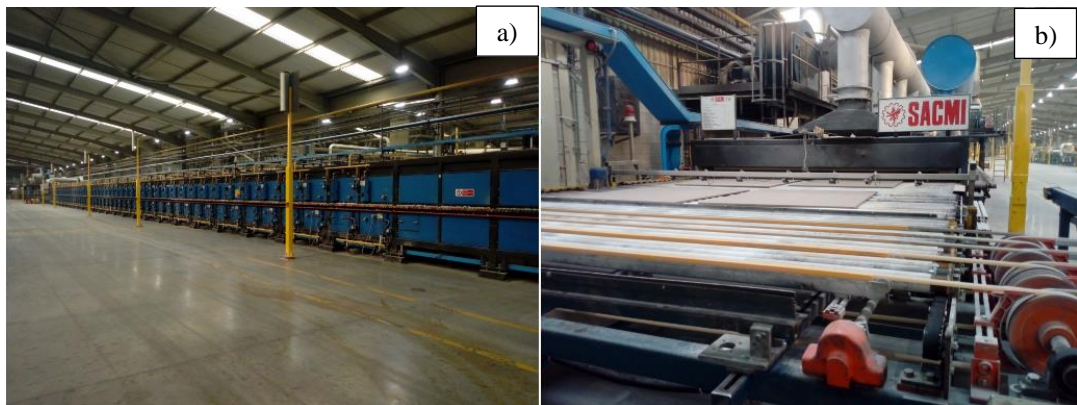
A cozedura consiste nas transformações que o material sofre sob a influência da temperatura, atingindo-se as características tecnológicas e estéticas desejadas. A sinterização, neste caso em fase líquida, promove a densificação das peças. No grés porcelânico a presença de elevada quantidade de fundentes na composição incrementa esta ocorrência. Durante este processo, elimina-se a porosidade da peça e a temperatura aplicada deve ser a que proporciona todas as condições necessárias à obtenção da máxima densificação das peças. [5]

O forno de rolos (Figura 10) utilizado na unidade fabril possui três zonas distintas: pré-aquecimento, zona de queima e zona de arrefecimento. Na zona de queima estão instalados queimadores, que além de transferirem calor para as peças na forma de chama, produzem ar quente que aquece as peças na zona de pré-aquecimento. Na zona de arrefecimento é adicionado ar frio, podendo esta zona dividir-se em três secções: arrefecimento rápido, arrefecimento indireto e arrefecimento final. Na zona de



arrefecimento rápido, o ar frio exterior é insuflado diretamente sobre o material. A zona de arrefecimento indireto/estabilização, é uma zona com uma taxa de arrefecimento extremamente baixa, para que a transformação alotrópica de quartzo (causadora de forte retração no arrefecimento) não cause defeitos. Na zona de arrefecimento final volta a insuflar-se ar frio sobre o material. [4]

À saída do forno as peças não vidradas são escovadas e seguidamente armazenadas em *boxes* para serem retificadas, enquanto as peças vidradas, são diretamente armazenadas em *boxes*.



**Figura 10** – a) Forno de rolos. b) Peças à saída do forno.

#### 2.8.1. *Controlo após cozedura*

O controlo efetuado à saída do forno consiste na medição da planaridade das peças, bem como na visualização de defeitos.

Retira-se uma peça e são efetuadas medições. Desta forma, obtém-se o valor do empeno da peça. O empeno existe devido às tensões de compressão que o vidro provoca ao solidificar e retrair durante a cozedura, e à diferença entre os coeficientes de dilatação existente entre este e a pasta.



O valor obtido na medição anterior deverá encontrar-se dentro de um intervalo que é considerado favorável ou desfavorável mediante o tipo de incremento (Figura 11).



**Figura 11** – Tipos de deformação permanente após cozadura: o incremento positivo (côncavo) é considerado desfavorável, enquanto o incremento negativo (convexo) é considerado favorável. [8]

O empeno é um dos defeitos que pode ser controlado durante a cozadura. Depois de ser atingida a temperatura de patamar, procede-se a etapa de arrefecimento e as peças são arrefecidas através da injeção de ar. Se o empeno for favorável (incremento negativo), aumenta-se a quantidade de ar injetado na zona inferior das peças, para que o suporte arrefeça primeiramente e exerça uma força de compressão na camada de vidrado, se pelo contrário o empeno for considerado desfavorável (incremento positivo), aumenta-se a injeção de ar na zona superior das peças, para que seja o vidrado a exercer essa força.

Os defeitos visuais são também controlados nesta fase. Estes podem ter origem no forno ou nas secções anteriores, nomeadamente na aplicação do engobe de tardo e do vidrado. Se os defeitos forem originados no forno, tomam-se ações corretivas, se estes tiverem origem nas secções anteriores, os responsáveis são alertados.

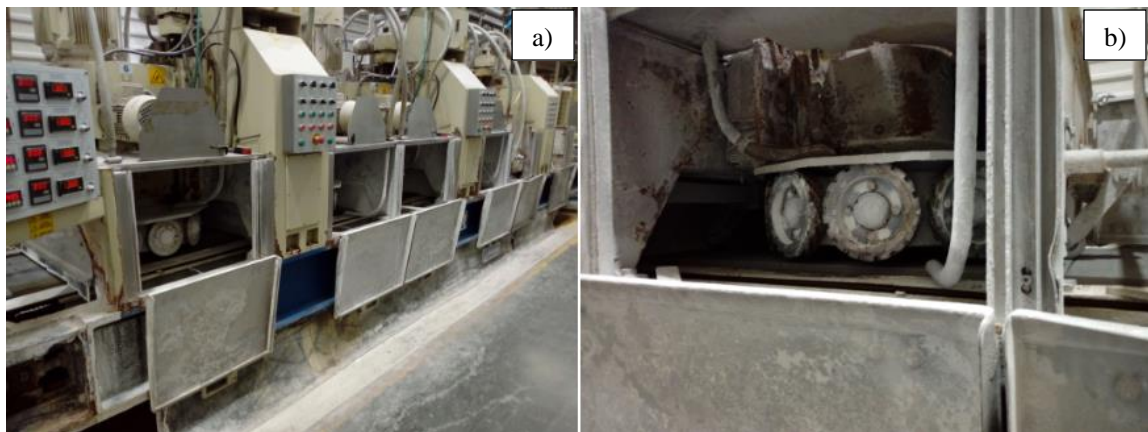
Quando as peças saem do forno folhadas, manchadas ou partidas não têm aproveitamento e são automaticamente retiradas da linha.

Para ensaios no laboratório são recolhidas peças relativas a cada produção. Estas são medidas e é determinada a sua tensão de rutura e absorção de água. Dessas peças são cortados provetes (11 cm × 11 cm) para realização de ensaios normalizados que serão descritos no capítulo seguinte.

## 2.9. Polimento e retificação

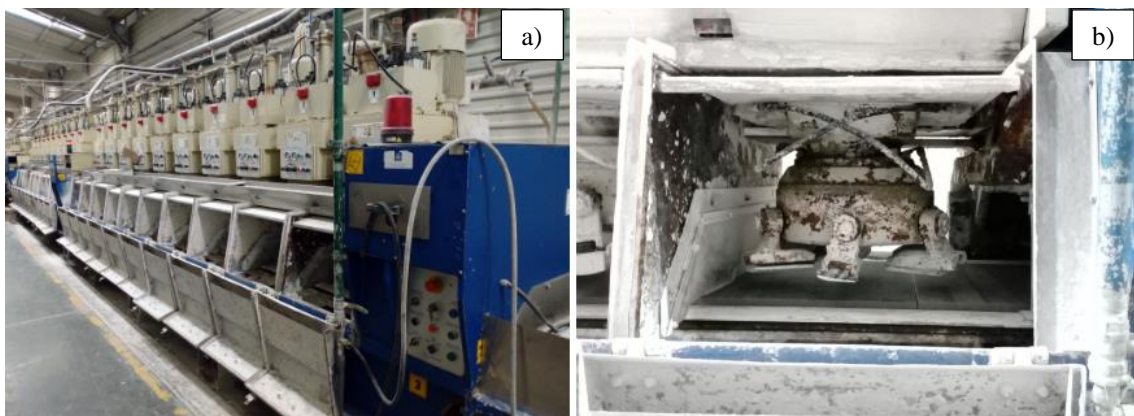
A linha inicia-se com a máquina de corte por incisão, que transforma as peças maiores em mais pequenas se necessário, convertendo formatos  $120\text{ cm} \times 60\text{ cm}$  em formatos  $60\text{ cm} \times 60\text{ cm}$ , entre outros. De seguida, as peças quando polidas devem sofrer desgaste superficial, nomeadamente as não vidradas, são sujeitas à intervenção da desbastadora, enquanto as restantes seguem na linha para a próxima etapa.

A máquina desbastadora utiliza rolos de nivelamento (Figura 12).



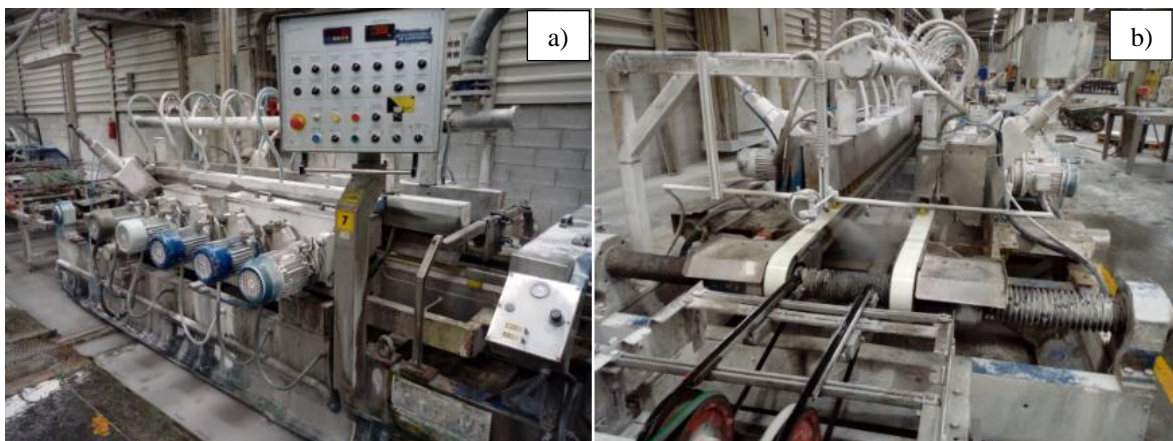
**Figura 12** – Linha de polimento: a) Máquina desbastadora; b) Rolos de nivelamento utilizados na zona superior das peças.

Na fase seguinte, as peças que sofreram desbaste, são polidas. Existem duas máquinas de polimento, cada uma constituída por 20 cabeças abrasivas, sendo cada cabeça constituída por 6 abrasivos, que vão desde grão mais grosso até mais fino (Figura 13).



**Figura 13** – Continuação da linha de polimento: a) Máquina de polimento, composta por cabeças abrasivas (b).

Na secção de retificação estão instaladas duas retificadoras (Figura 14), sendo responsáveis pelo acabamento das partes laterais da peça, nomeadamente das arestas, tornando-as lisas e dando-lhes acabamento. Cada retificadora, de cada lado, possui cinco motores de arestas e um motor de bisel. À medida que as peças percorrem a linha e passam de uma retificadora para outra rodam 90°, sendo retificados dois lados paralelos simultaneamente em cada uma.



**Figura 14** – Linha de retificação: a) Retificadora; b) Saída da retificadora.

Por último, as peças passam por uma zona de lavagem e secagem. De 30 em 30 minutos, estas são medidas para controlo da retificação.

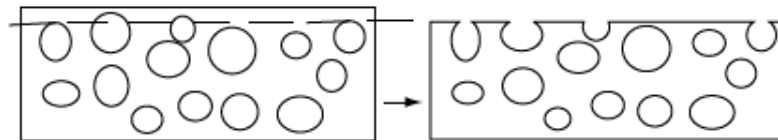
## **2.10. Escolha**

Na secção da escolha é efetuado um controlo visual de defeitos estéticos que poderão existir a nível de padrão ou tonalidade pretendida, montando-se um painel de 4 a 6 peças no chão e fazendo-se a comparação através da sua observação. É a partir desta fase que se inicia a escolha propriamente dita das peças que satisfazem os critérios estabelecidos.

Na avaliação dos defeitos de cada peça, o operador mantém sempre uma peça ao lado do padrão. Caso existam defeitos estéticos procura-se perceber se advém da fase de prensagem, vidragem, decoração ou cozedura.

Consoante a aprovação ou não aprovação das peças é colocada uma marca a tinta fluorescente correspondente à 2ª escolha, dado que as peças de 1ª escolha não são marcadas. Isto é, se as peças não possuírem defeitos estéticos visuais não é colocada nenhuma marca, pois pertencem à 1ª escolha. Pelo contrário se as peças possuírem determinados defeitos e forem desclassificadas pelo operador, é-lhes colocada uma marca que é lida, mais à frente, por um calibrador.

Na continuação da linha, somente em mosaicos polidos, é utilizada a máquina de impermeabilização, onde é aplicada resina/cera, um impermeabilizante a jato que é distribuído através de escovas por toda a peça. Esta aplicação visa “fechar” os poros eventualmente criados na fase de polimento (Figura 15), o que pode potenciar o manchamento em uso e potencial deterioração da superfície. [5]



**Figura 15** - Exposição de porosidade após a etapa de polimento. [6]

As peças continuam na linha e seguem para o calibrador e planar, um sistema capaz de avaliar as dimensões, as deformações das peças e a planaridade. Desta forma o material pode ser desclassificado e as peças são distribuídas num empilhador designado para essa função.

É o distribuidor, que possui um sistema de leitura ótica, que lê os códigos colocados nas peças pelo operador e que distribui as peças consoante 1ª ou 2ª escolha.

### 2.11. Embalagem e paletização

Nesta fase do processo as peças são embaladas (Figura 16).



**Figura 16** - Embalamento de peças.

Cada modelo tem o seu embalamento específico, isto é, existem peças que são embaladas 3 a 3, outras é somente 1 por caixa. Nesta fase, as peças encontram-se amontoadas, descem dos empilhadores e são então seccionadas, consoante o número de caixas que se pretende obter com aquela pilha. São embaladas e timbradas, com uma impressora. Na caixa são impressos os elementos que identificam o produto: referência, nome do produto, o número de escolha (1ª ou 2ª), o calibre, o lote referente à tonalidade, a semana em que foi produzido, ano, código de barras, número de peças por caixa, peso do material, dimensões, o acabamento do material, por exemplo, *matte* (MT), *stone* (ST), entre outros e, caso o material seja ou não vidrado é referido também na timbragem *glazed* (GL) ou *unglazed* (UGL). Seguidamente, o material é acoplado já embalado, com cintas e dá-se a respetiva paletização. As paletes são plastificadas e seguem para o armazém, onde mais tarde são enviadas para o cliente. De 5 em 5 paletes, uma é enviada para controlo de qualidade.

### 2.12. Controlo de qualidade

No controlo de qualidade é realizada uma inspeção final ao produto e são verificadas diversas características, nomeadamente se a etiqueta que é colocada na paleta

corresponde ao material que esta suporta, a referência, calibre, acabamento, lote. São construídos painéis para verificação de tonalidade e existência de defeitos, com 2 caixas de cada palete. De cada produção inspecionam-se 20% das peças.

O controlo de qualidade é efetuado também a produtos subcontratados, como por exemplo rodapés e degraus.

### **3. O processo de prensagem**

Atualmente, a prensagem é um dos processos de conformação mais utilizados pela indústria cerâmica, por garantir o correto desenvolvimento de propriedades e garantir elevadas taxas de produção.

Os tipos de conformação por prensagem são classificados de acordo com a humidade do sistema. A prensagem a seco é realizada com uma humidade entre 0 e 10%. Neste processo o granulado é vazado num molde, é-lhe aplicada uma força de consolidação através de um punção. É com o aumento da pressão de prensagem que se realiza o trabalho de densificação, pela eliminação da porosidade intergranular e intragranular, através do rearranjo, deformação plástica e fratura dos aglomerados, dos agregados e das partículas. A massa da peça conformada é aproximadamente igual à massa do pó ou aglomerado inicial e as retrações sofridas na secagem são reduzidas. [6]

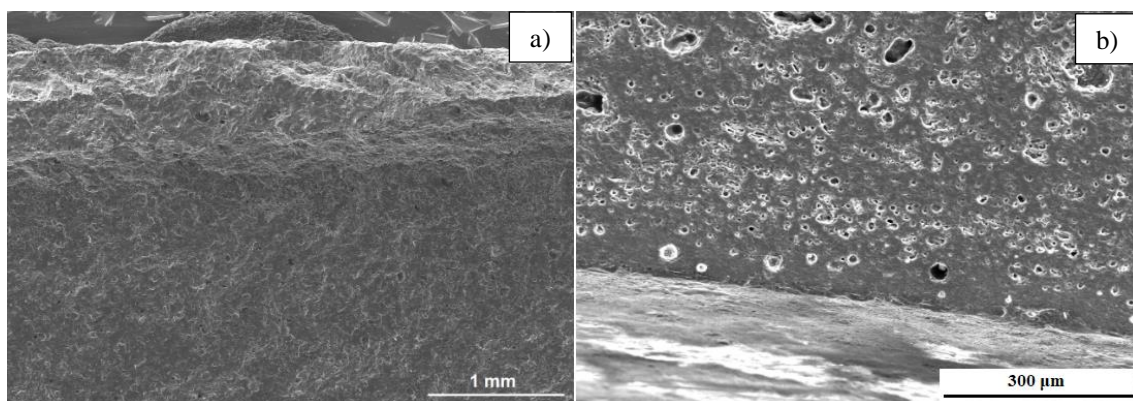
A prensagem apresenta vantagens em relações a outros processos de conformação: elevada resistência mecânica que confere às peças, em verde e em seco, devido às elevadas pressões específicas aplicadas; a humidade baixa utilizada permite acelerar a secagem; rigor dimensional e de formas; reduzido risco de deformações nas fases posteriores à conformação, dada a elevada densidade das peças prensadas. [6]

#### **3.1. Etapas de um ciclo de prensagem – dupla carga**

O processo de conformação por prensagem uniaxial envolve as seguintes etapas: enchimento da matriz, aplicação da força de compactação e alívio da mesma e, por último, a extração. [6]

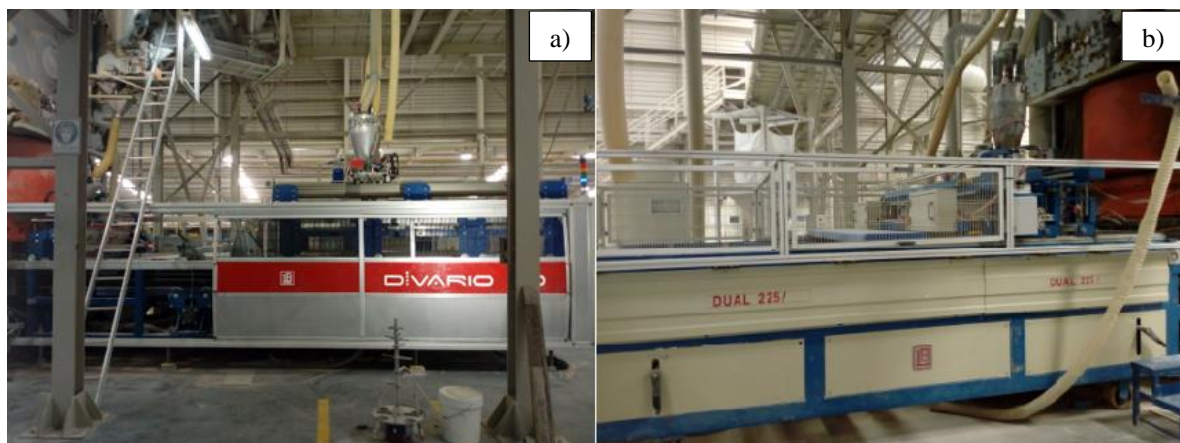


Na Pavigrés II são produzidos dois tipos de ladrilhos, os de dupla carga denominados “*dual*” e os de carga linear. Os ladrilhos de dupla carga possuem duas camadas, a camada inferior que é composta por pó atomizado e a superior, constituída por pó micronizado, sendo estas peças não vidradas (*unglazed*). Por sua vez os ladrilhos de carga linear são constituídos apenas por uma camada de pó atomizado e são vidrados posteriormente (*glazed*). A Figura 17 mostra imagens de microscopia electrónica de varrimento (MEV) das duas tipologias.



**Figura 17** – Imagens da microestrutura (obtida por MEV) de uma peça fraturada: a) dual, ampliação de 30×; b) linear, ampliação de 100×.

A unidade fabril possui dois sistemas de alimentação capazes de criar peças por dupla carga: o “*Divario*” e o “*Dual*” (Figura 18).



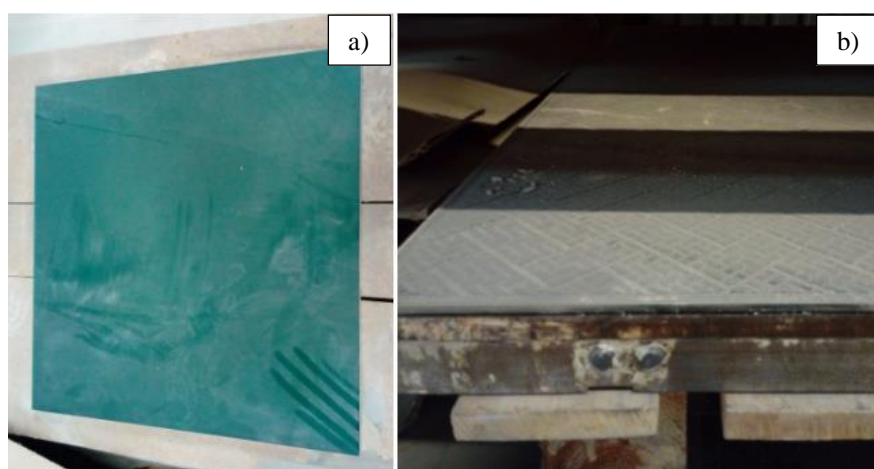
**Figura 18** - Sistemas de alimentação: a) Divario; b) Dual.

É através destes sistemas que se processa a alimentação da prensa. No carro de alimentação *Divario*, a primeira etapa consiste na deposição de pó: o pó atomizado é depositado numa matriz metálica, enquanto a deposição de pó micronizado é feita num tapete rolante. Quando o tapete se desenrola, transporta o pó micronizado colocando-o sobre a camada de pó atomizado, sendo então realizadas duas cargas, a de pó atomizado e a de pó micronizado.

Na etapa seguinte, após serem depositadas as duas camadas de pó atomizado e micronizado, dá-se a primeira aproximação do punção superior e é aplicada a primeira prensada. De seguida, o punção sobe para desarejamento e aplica-se nova carga na peça.

Na última etapa, a peça fica sujeita a tensões normais à superfície lateral. Devido à reduzida expansão elástica, após a aplicação da força, essas tensões diminuem ligeiramente. No entanto, quando o punção inferior sobe para a peça ser extraída existem forças de atrito que se opõem ao movimento e que podem originar fissuras, deformações e desgaste nas ferramentas. Após prensagem, as peças são extraídas e seguem na linha para o secador. O sistema *Divario* tem a capacidade de criar vários desenhos nas peças. No carro *Dual*, o pó micronizado é depositado apenas num sentido, sendo incapaz de criar efeitos que o sistema de alimentação *Divario* garante.

Os efeitos criados na peça relacionados com a textura são conseguidos através dos cunhos da prensa. No processo de prensagem, esta possui sempre dois cunhos, o superior e inferior (Figura 19).



**Figura 19** - a) Cunho superior, efeito matte. b) Cunho de tardoz (inferior).

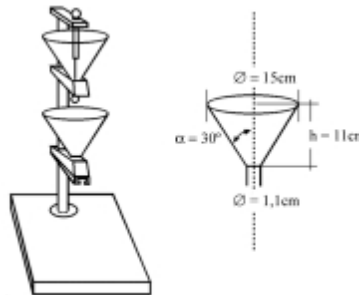


### 3.2. Variáveis no processo

Os fatores que influenciam a operação de prensagem são as características do pó (fluidez, tamanho, teor de humidade e morfologia de grânulo) a prensar e o ciclo de prensagem.

#### 3.2.1. Preparação do material

A fluidez de um pó ou granulado é avaliada pela velocidade de escoamento. Um dos métodos existentes relaciona-se com a medida do tempo que um volume definido de material demora a escoar ( $\text{cm}^3/\text{s}$ ) através do orifício de um recipiente de forma cônica (Figura 20).

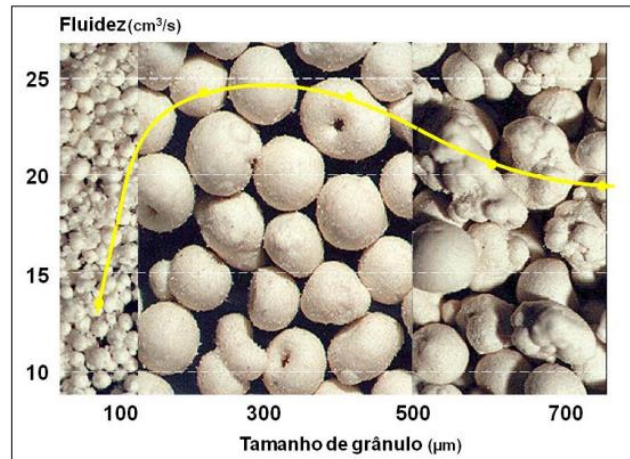


**Figura 20** - Equipamento para medição da velocidade de escoamento de pós ou granulados cerâmicos. [11]

O que determina a fluidez do material é a distribuição granulométrica, a forma, a textura superficial dos grânulos, a aderência entre estes, e o teor de humidade.

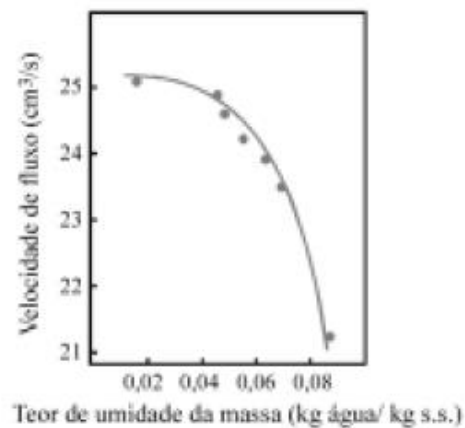
São os grânulos com tamanho médio de grão entre 125  $\mu\text{m}$  e 500  $\mu\text{m}$  que apresentam maiores velocidades de escoamento, dado que apresentam uma morfologia quase esférica. Pelo contrário, os grânulos mais pequenos, por terem um maior número de pontos de contacto entre si, escoam mais lentamente. A menor velocidade de escoamento de grânulos com tamanho superior a 500  $\mu\text{m}$  deve-se à sua morfologia irregular. Na verdade, estes grânulos resultam da aglomeração de outros menores.

Na Figura 21 é possível observar a influência do tamanho médio de grânulo e da morfologia na velocidade de escoamento.



**Figura 21** - Relação entre fluidez e tamanho de grânulo. [12]

A humidade dos grânulos é outro dos fatores que afeta a velocidade de escoamento. Estudos demonstram que esta diminui à medida que aumenta o teor de humidade do material, como se pode observar pelo gráfico apresentado na Figura 22. Este efeito é mais acentuado para valores superiores a 0,05-0,06 kg água/kg sólido seco (aproximadamente 5 a 6% de humidade), que são os valores tipicamente utilizados pela indústria cerâmica.



**Figura 22** - Influência do teor de humidade de uma massa cerâmica sobre a velocidade de fluxo. [11]

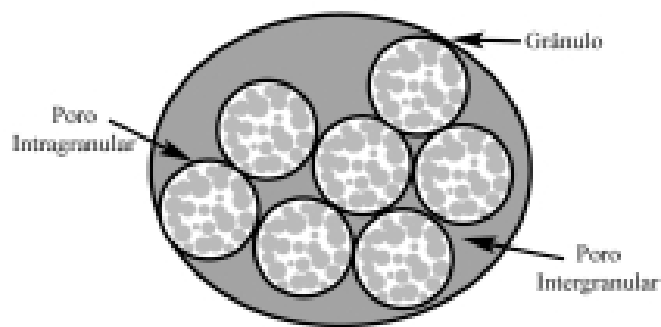
A diminuição da fluidez do material com o aumento do teor de humidade deve-se ao aumento das forças de adesão nos pontos de contacto existentes entre os grânulos, devido à tensão superficial da água. [11]

### 3.2.2. *Aditivos*

Os grânulos devem apresentar dureza e plasticidade adequadas. Devem ser suficientemente deformáveis, facilitando o seu deslizamento. No entanto, não podem ser frágeis, ao ponto de fraturarem durante as operações de armazenamento e transporte que antecedem a etapa de prensagem. Os aditivos têm um efeito sobre os grânulos e consequentemente sobre a peça conformada. É na preparação da barbotina que se adicionam os aditivos, nomeadamente desfloculantes, ligantes e plastificantes. Os ligantes conferem resistência mecânica aos grânulos e à peça em verde, os plastificantes aumentam a deformabilidade do ligante e os lubrificantes reduzem a fricção entre os grânulos do material durante a etapa de compactação e o atrito entre a peça conformada e a parede do molde durante a etapa de extração da peça, reduzindo o gradiente de densidade e o desgaste da matriz metálica. [6,11,13,20]

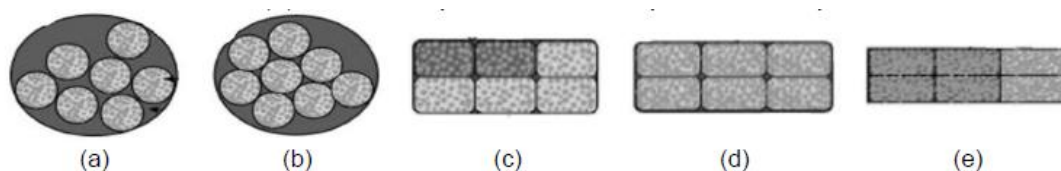
### 3.2.3. *Fase de compactação*

Amorós (2000) definiu uma densidade relativa, definida como a razão entre a densidade de empacotamento e a densidade real das partículas. Um valor excessivamente baixo indica uma razão de compactação (volume ocupado pelos grânulos/volume ocupado pela peça conformada) baixa, dando origem a um elevado conteúdo de ar que deve ser extraído durante a fase de compactação, originando problemas durante a prensagem. Consequentemente, a densidade relativa é dependente do volume de poros intergranulares, os espaços vazios entre os grânulos, e do volume de poros intragranulares, os poros existentes no interior dos grânulos (Figura 23). A porosidade depende da forma e distribuição das partículas que constituem os grânulos e das condições de processamento envolvidos na sua obtenção. [10, 14]



**Figura 23** - Preenchimento do molde. [10]

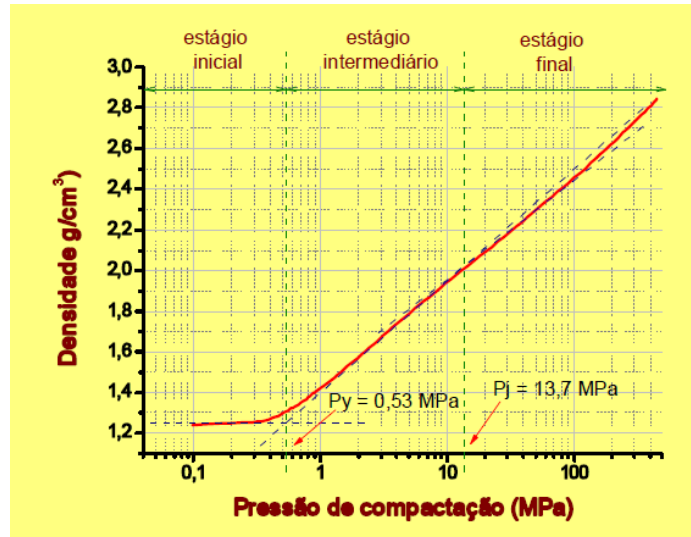
Na prensagem de um corpo, a redução da porosidade dá-se através de três mecanismos. O mecanismo I corresponde à redução do volume de poros intergranulares, através do rearranjo dos grânulos. O mecanismo II diz respeito à redução do volume e tamanho dos poros intergranulares devido à deformação plástica ou destruição dos grânulos, dependendo das suas características, isto é, dureza, deformabilidade e resistência mecânica. Por último, o mecanismo III, a densificação existente é devida à diminuição do volume dos poros intragranulares causada pelo deslocamento e reordenação das partículas, tentando-se obter máximo empacotamento (Figura 24). [14]



**Figura 24** - Mecanismos de compactação: a) Preenchimento do molde; b) Reordenação dos grânulos; c) Deformação e destruição dos grânulos; d) Reordenação das partículas no interior dos grânulos; e) Máximo empacotamento das partículas. [14]

A destruição ou deformação plástica das partículas cerâmicas nunca se dá numa extensão apreciável devido à elevada dureza e à sua natureza frágil. [14]

A densificação de um material granulado pode ser idealmente dividida em 3 estágios: o estágio I ou inicial, o estágio II ou intermédio, o estágio III ou final (Figura 25).



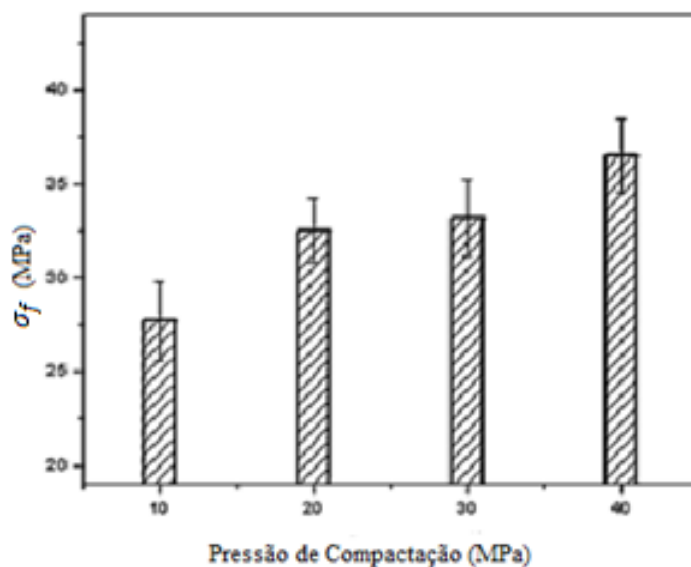
**Figura 25** - Curva de densificação de um granulado cerâmico, onde são apresentadas as pressões relativas a cada estágio de compactação, isto é, a de escoamento ( $P_y$ ) e de junção ( $P_j$ ). [13]

No primeiro estágio, dá-se o empacotamento e rearranjo dos grânulos e consequentemente a redução dos poros intergranulares. A deformação dos grânulos corresponde a uma pressão denominada  $P_y$ , que é o ponto de escoamento (tensão de cedência). No segundo estágio, os grânulos deformam-se plasticamente com redução do tamanho e volume dos poros intergranulares. A maior parte da compactação ocorre neste estágio. Termina com a eliminação dos poros intergranulares. A pressão correspondente é denominada  $P_j$ , que é a pressão de junção. A compactação do corpo é igual à compactação dos grânulos. No terceiro estágio, teoricamente não há porosidade intergranular. O ganho de densificação é reduzido. Ocorre eliminação da porosidade intragranular pelo deslizamento, rearranjo e possível fratura das partículas. [16]

As pressões comumente utilizadas na indústria são inferiores a 100 MPa no caso de cerâmicos técnicos, e inferiores a 40 MPa para composições de louça branca e revestimentos. [15]

### 3.2.4. Influência da pressão de compactação na resistência mecânica

Pérez *et al.* (2012) sugerem que o aumento da pressão de compactação (no intervalo de pressões 10-40 MPa), resulta no incremento da resistência mecânica do compacto, nomeadamente na tensão de rutura e no módulo de Young, como se pode verificar pelo gráfico apresentado na Figura 26. [17]



**Figura 26** – Tensão de rutura de um corpo de grés porcelânico (após cozedura) em função da pressão de compactação. [17]

A pressão de compactação afeta as características do corpo, nomeadamente a porosidade. Este ponto será abordado com detalhe numa das secções seguintes.

## 4. Cozedura

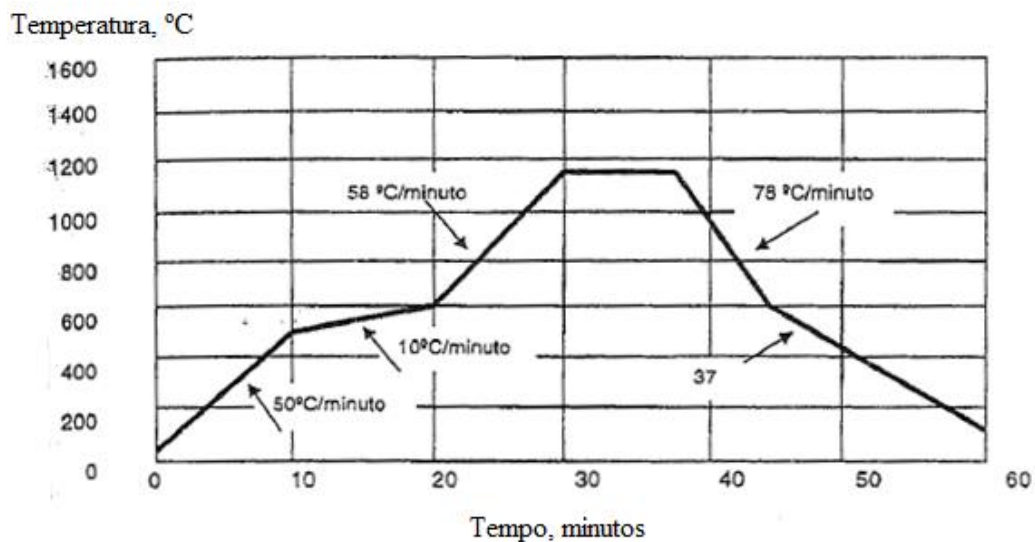
É na cozedura que o corpo cerâmico adquire as características e propriedades adequadas ao fim a que se destina. As peças sofrem transformações, dependentes da natureza químico-mineralógica das matérias-primas e das temperaturas atingidas.

Na indústria dos revestimentos, foi o desenvolvimento dos fornos de rolos que possibilitou a utilização de ciclos mais rápidos de cozedura, devido à facilidade no ajuste

da temperatura e tempo de patamar. A redução dos ciclos de cozedura permitiu diminuir os custos de produção. Em pavimentos de grés porcelânico, a cozedura ocorre em ciclos rápidos, entre 60 e 90 min, com temperatura máxima entre 1150 e 1250 °C. A etapa de arrefecimento é realizada o mais rapidamente possível. [18]

Pode dividir-se o ciclo de cozedura em três etapas: (i) aquecimento, onde se eleva a temperatura até à temperatura máxima do ciclo; (ii) patamar de cozedura, que corresponde ao tempo de exposição da peça à temperatura máxima; (iii) arrefecimento das peças até à temperatura ambiente. [18]

Na Figura 27 apresenta-se uma curva típica de cozedura de pavimentos.



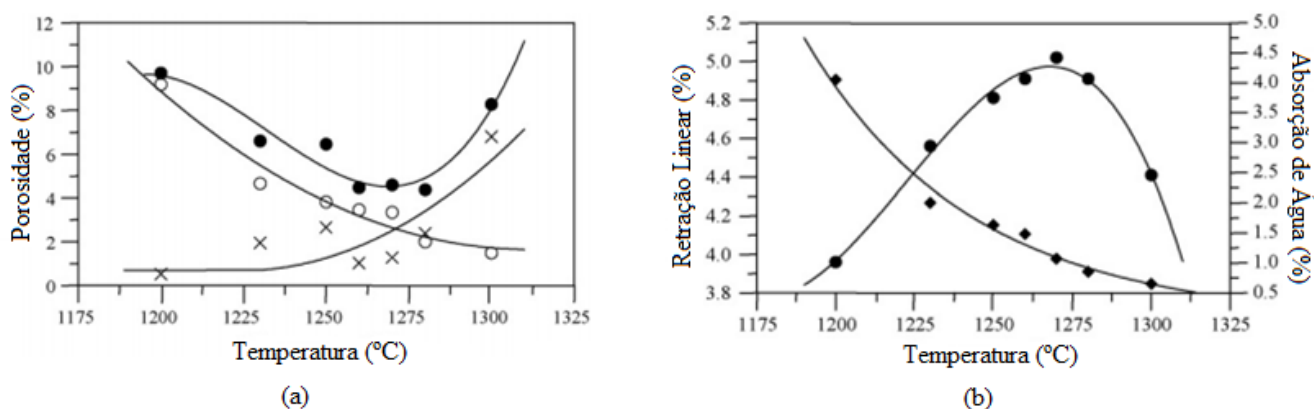
**Figura 27** - Curva de cozedura típica de pavimento vitrificado de pasta branca, em forno de rolos rápido. [6]

Inicialmente é aplicada ao material uma taxa de 50 °C/min. Se a humidade for demasiado elevada, com taxas de aquecimento desta ordem, a saída de vapor do interior da peça gera tensões e pode levar à explosão da mesma. Por isso, devem ser assegurados níveis mínimos de humidade nas peças aquando da sua entrada no forno. A segunda rampa decorre à taxa de cerca de 10 °C/min, para garantir a decomposição dos minerais argilosos e a queima da matéria-orgânica. Na terceira etapa a taxa de aquecimento é de 58 °C/min, atingindo-se a temperatura máxima de cozedura (cerca de 1180 °C). São decompostos os

minerais micáceos, carbonatos, talco e fluoretos. O patamar tem 7,5 minutos de duração, para garantir uniformidade em toda a secção de carga do forno. [6]

A fase que se segue é a de arrefecimento. A primeira rampa corresponde a uma velocidade de arrefecimento de 78 °C/min, com injeção de ar frio diretamente sobre as peças quentes. Este patamar estende-se até aos 650-600 °C. A partir desta temperatura a taxa de arrefecimento é reduzida, devido à transformação do quartzo- $\beta$  em quartzo- $\alpha$  (573 °C), evitando-se a fissuração/fratura do material. A seguir, o arrefecimento volta a ser acelerado. [6]

A porosidade está diretamente relacionada com a retração linear e a absorção de água e estas são características do corpo cerâmico afetadas pelo ciclo de cozedura. Na Figura 28 observa-se a evolução de cada um destes parâmetros num intervalo de temperaturas entre 1200 e 1300 °C, em amostras de grés porcelânico. A mistura é composta por 50% de argilas cauliníticas, 40% de feldspato e 10% de quartzo.



**Figura 28** – Representação gráfica de parâmetros medidos em amostras de grés porcelânico em função da temperatura de cozedura no intervalo de 1200 °C a 1300 °C: a) porosidade aberta (○), porosidade fechada (x) e porosidade total (●) e b) retração linear (●) e absorção de água (◆). [19]

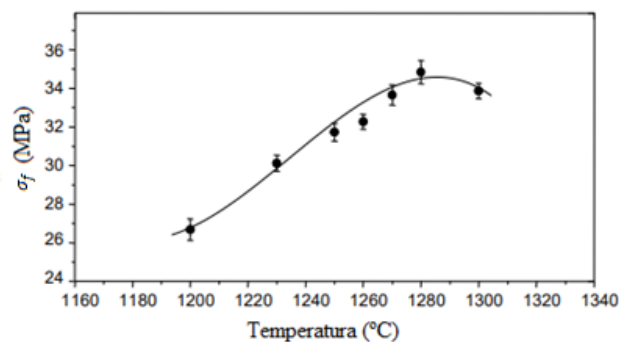
Na Figura 28a a porosidade aberta diminui à medida que a temperatura aumenta, devido à formação de fase líquida proveniente do feldspato. A energia superficial criada pelos poros finos do corpo cerâmico leva à aproximação das partículas diminuindo a porosidade aberta. Simultaneamente, a porosidade fechada diminui a partir dos 1250 °C e



aumenta a partir dos 1280 °C, devido à pressão do gás existente dentro dos poros fechados, o que pode provocar a expansão do corpo cerâmico. A porosidade total diminui ao longo do intervalo de temperaturas aqui considerado, atinge um mínimo a 1280°C, aumentando para temperaturas superiores. [19]

Na Figura 28, observa-se que a porosidade total segue uma tendência contrária à retração linear, à medida que a porosidade total diminui, a retração linear aumenta, como seria de esperar. A absorção de água decresce em todo o intervalo de temperaturas, o que se explica pela diminuição da porosidade aberta das peças. A temperatura de cozedura que permite a obtenção de propriedades mecânicas mais elevadas é aquela onde é obtido um valor mínimo de porosidade e a retração linear é máxima, isto é, no intervalo 1260-1280 °C. [26] Acima deste valor o material entra em sobrecozedura, havendo gasto supérfluo de energia.

A densificação determina a tensão de rutura,  $\sigma_f$ , do material. O valor máximo é atingido a 1280°C (Figura 29). Acima desse valor, a tensão de rutura decresce, o que pode ser explicado com a expansão que o corpo sofre devido ao gás aprisionado nos poros fechados. [20]

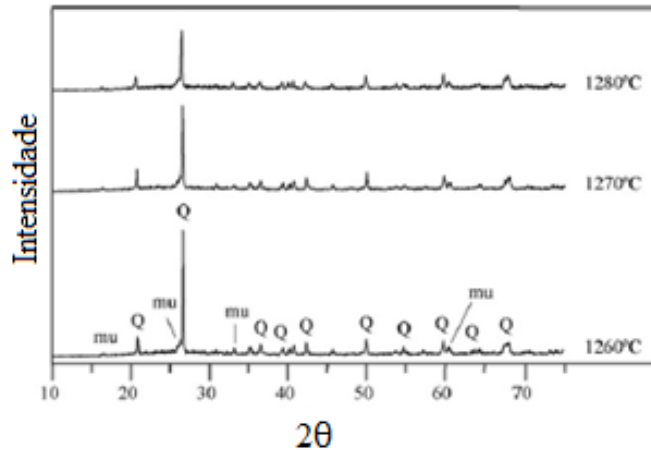


**Figura 29** – Variação da tensão de rutura em grés porcelânico em função da temperatura de cozedura (1200-1300°C). [20]

## 5. Caracterização do produto final

### 5.1. Fases presentes

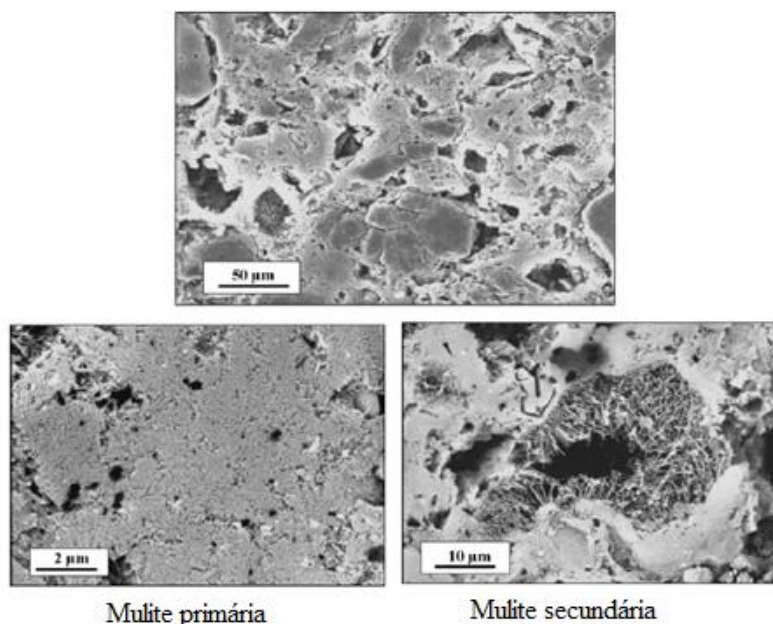
Na Figura 30, apresenta-se a título exemplificativo um difratograma de raio-x de um corpo de grés porcelânico cozido no intervalo de temperaturas de 1260-1280°C. As fases geralmente presentes são: quartzo, mulite e fase vítrea.



**Figura 30** – Difratograma de raio-x de um corpo de grés porcelânico sujeito a cozedura no intervalo 1260-1280°C (Q = quartzo; m = mulite). [12]

### 5.2. Microestrutura

Em verde, o corpo cerâmico apresenta micro-regiões de diferente composição, nomeadamente aglomerados de argila, partículas de quartzo e regiões ricas em feldspato. Após a cozedura, a microestrutura consiste numa distribuição homogénea de partículas de quartzo numa matriz constituída por fase vítrea e cristais de mulite (Figura 31).



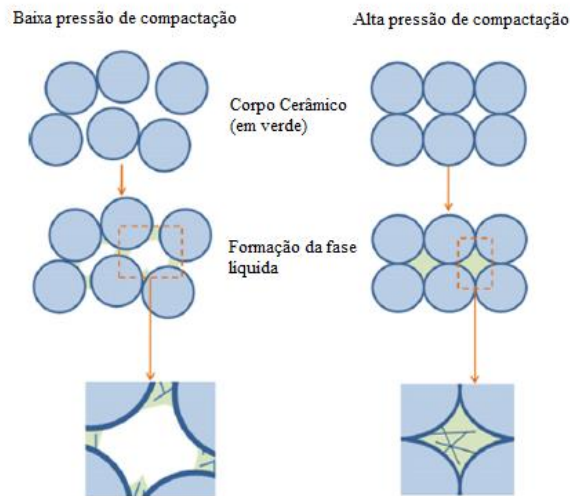
**Figura 31** - Micrografias obtidas por MEV da fratura de amostras de um corpo de grés porcelânico cozido a 1260°C. [19]

Forma-se uma estrutura densa. Alguns grãos de quartzo apresentam fissuras, devido à transformação de quartzo  $\alpha \rightarrow \beta$  aproximadamente aos 573°C, e à libertação de micro-tensões causadas pelos diferentes coeficientes de expansão térmica entre o quartzo e a fase vítrea. Na matriz são visíveis cristais de mulite primária e mulite secundária (agulhas). [19]

### 5.3. Resistência mecânica

É importante compreender qual a influência da pressão de compactação na resistência mecânica, porosidade e evolução da microestrutura do corpo cerâmico.

Pérez *et al.* (2012) apresentam um esquema da formação de fase líquida e crescimento de cristais de mulite secundária durante a cozedura em amostras que foram compactadas a baixas (10-30 MPa) e a altas pressões (30-40 MPa). [17]



**Figura 32** – Esquema da formação de fase líquida e do crescimento de cristais de mulite secundária a baixa e alta pressão de compactação. [17]

As amostras compactadas a altas pressões possuem elevada densidade em verde, com porosidade menor do que os corpos compactados a baixas pressões. Se o volume da fase líquida formada na cozedura for aproximadamente igual ao volume de poros na amostra compactada a alta pressão, a fase líquida preenche praticamente todos os poros e a superfície das partículas estará quase toda em contacto com a fase líquida. Pelo contrário, no corpo compactado a baixa pressão, o volume de poros é superior, o que significa que nem toda a superfície das partículas estará em contacto com a fase líquida.

As agulhas de mulite crescem dentro dos poros, levando a um fortalecimento do corpo e ao aumento dos valores de tensão de rutura. [20]

A porosidade é um parâmetro que influencia a resistência mecânica da peça e vários autores propuseram modelos que explicam esta relação. [21]

Balshin (1949) sugeriu a seguinte relação:

$$\sigma = \sigma_0(1 - P) b \text{ (equação 1),}$$

onde  $\sigma_0$  é a tensão de rutura do corpo totalmente denso e  $\sigma$  é a tensão de rutura real do corpo, considerando a sua porosidade, sendo  $b$  é uma constante empírica. [21]

Hasselman (1969) propõe uma relação linear entre a tensão de rutura e a porosidade:

$$\sigma = \sigma_0 - cP \text{ (equação 2),}$$

onde  $c$  é uma constante empírica. [21]

Os modelos teóricos propostos são baseados em microestruturas ideais, mas proporcionam uma estimativa aproximada da dependência destas propriedades.

## 6. Determinações efetuadas em laboratório

Dada a influência dos parâmetros de processamento nas propriedades finais do grés porcelânico, é importante sublinhar a importância dos principais ensaios deste tipo de materiais determinados pela *International Organization for Standardization* (ISO), mas também do *Centre Scientifique et Technique du Bâtiment* (CSTB) no âmbito da marcação UPEC (“U” de *usure*, é o índice que corresponde ao desgaste sofrido pelo material devido à marcha; “P” de *poinçonnement*, é referente ao comportamento mecânico do material em situações que incluem o arrastamento de móveis e a queda de objetos; “E” de *eau*, é o índice que indica o comportamento do material na presença de água; “C” de *chimiques*, designa a resistência a químicos e manchas). [22] Os ensaios incluem:

- absorção de água;
- tensão de rutura à flexão;
- resistência à abrasão superficial (peças vidradas);
- resistência à abrasão profunda (peças não vidradas);
- resistência às manchas;
- resistência química;
- resistência ao impacto;
- resistência ao escorregamento;
- características dimensionais e de planaridade;

Seguidamente, serão descritos os principais ensaios utilizados no controlo do processo de fabrico.

### 6.1. Determinação da humidade

Na determinação da humidade utiliza-se uma balança com lâmpada de aquecimento (Figura 33). Coloca-se uma determinada massa da amostra que se pretende analisar e esta fornece o valor da humidade, em percentagem (calculado a partir da variação de massa).



**Figura 33** - Balança de determinação de humidade.

### 6.2. Determinação da distribuição granulométrica

A determinação da distribuição granulométrica é realizada num agitador de peneiros (Figura 34), com malhas de 90, 125, 180, 250, 300, 500 e 600  $\mu\text{m}$ . Utiliza-se uma determinada quantidade de material, deixada em agitação um tempo definido. No final, a massa de cada fração retida nos vários peneiros é medida.



**Figura 34** - Agitador de peneiros.

### 6.3. Determinação do resíduo ao peneiro

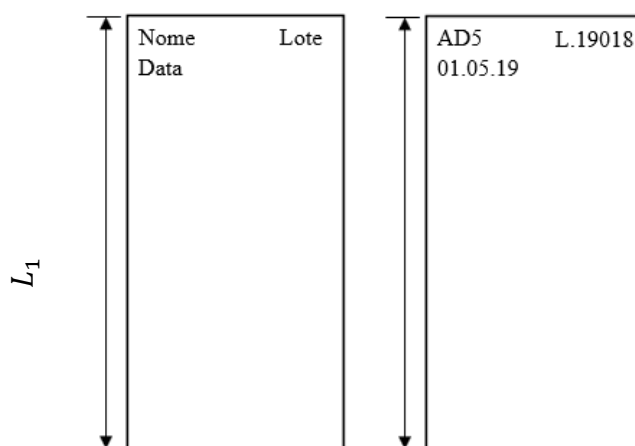
Coloca-se uma quantidade da amostra em pó no peneiro com uma malha de 45  $\mu\text{m}$  e procede-se à sua lavagem com água para facilitar a passagem das partículas através da tela. A fração retida é colocada na estufa, durante pelo menos 2 horas. Por fim, determina-se a sua massa.

### 6.4. Determinação da fluidez – Taça Ford

A fluidez do pó atomizado é determinada utilizando a taça Ford, que também é usada para determinar a viscosidade de uma suspensão ou líquido. Na determinação da fluidez o orifício é de 5 mm, sendo de 4 mm para avaliar a viscosidade. Coloca-se o pó atomizado ou a suspensão de vidro até preencher totalmente o copo e contabiliza-se o tempo de escoamento.

### 6.5. Expansão após prensagem

Imediatamente após prensagem, os corpos sofrem uma ligeira expansão elástica. Utiliza-se um paquímetro para avaliar as dimensões (Figura 35).



**Figura 35** – Provete prensado e respetiva zona de medição.

Calcula-se o seu valor a partir da equação seguinte:

$$\text{Expansão após prensagem} = \frac{L_1 - D}{L_1} \times 100 \text{ (equação 3)}$$

Sendo  $L_1$  a dimensão do corpo de prova após prensagem e  $D$  a dimensão do molde. O valor é indicado em percentagem.

### 6.6. Retração linear

A retração das peças é umas das consequências do processo de sinterização. Mede-se o comprimento das amostras com uma craveira antes e depois da cozedura e calcula-se a retração seco-cozido.

O valor da retração é obtido com a seguinte equação:

$$\text{Retração linear} = \frac{L_S - L_C}{L_S} \times 100 \text{ (equação 4)}$$

Sendo  $L_S$  a dimensão do corpo de prova seco e  $L_C$  a dimensão em cozido. O valor é indicado em percentagem.

### 6.7. Perda ao Rubro

A perda ao rubro traduz a variação de massa das amostras entre a fase de secagem e cozedura até à temperatura de patamar de 1000 °C. Traduz a evaporação de água, volatilização de matéria orgânica e reações de decomposição (ex. de carbonatos). O valor é obtido através da equação:

$$\text{Perda ao rubro} = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100 \text{ (equação 5)}$$

Sendo  $M_1$  a massa do corpo de prova seco (g) e  $M_2$  a massa em cozido (g). O valor é indicado em percentagem.



## 6.8. Absorção de água

A absorção de água é uma medida indireta da porosidade aberta do corpo cerâmico e corresponde ao volume de poros abertos que são suscetíveis de serem preenchidos por um fluido. Este valor é expresso em percentagem e corresponde ao aumento da massa do corpo cerâmico quando submetido a um processo de imersão em água.

O método por imersão sob vácuo é o método utilizado na unidade fabril. Determina-se a massa das amostras numa balança centesimal, de seguida colocam-se dentro da câmara de vácuo. Estabelece-se o vácuo de  $10 \pm 5$  kPa durante 30 minutos. Retira-se o vácuo e deixam-se mergulhados durante 15 minutos, após este período retiram-se e secam-se com um pano. Determina-se novamente a sua massa, sendo o valor da absorção de água (em %) dado pela equação:

$$\text{Absorção de água} = \frac{M_f - M_i}{M_i} \times 100 \text{ (equação 6)}$$

Sendo  $M_i$ , a massa do corpo cerâmico após cozedura e  $M_f$ , a massa saturada.

## 6.9. Resistência a manchas e químicos

Como já foi referido, uma das características do grés porcelânico é a sua resistência a manchas, ácidos e bases. Para averiguar estas características, em laboratório as peças são expostas a diversos produtos e reagentes químicos.

### 6.9.1. Manchas

Os ensaios de resistência às manchas compreendem a aplicação de reagentes como azeite, soluções de óxido de cromo verde/óxido de ferro vermelho (no caso de ladrilhos de coloração verde), de óxido de iodo e azul de metileno.

O procedimento consiste na identificação de provetes com cerca de 11 cm  $\times$  11 cm de dimensão, com o agente a ensaiar. Aplicam-se 3 ou 4 gotas e coloca-se um vidro de relógio sobre a mancha, ficando a atuar por 24 horas. A classificação da resistência dos ladrilhos pode ir de 5 a 1 dependendo das lavagens, dos agentes de limpeza e dos abrasivos que são necessários para retirar as manchas. [23]

### *6.9.2. Resistência a produtos químicos*

Neste tipo de ensaios, os ladrilhos vidrados são colocados em contato com produtos químicos domésticos (cloreto de amônia), sais de piscina (hipoclorito de sódio), ácidos (cítrico e clorídrico) e bases (hidróxido de potássio). Cada produto é aplicado num provete de 11 cm × 11 cm de dimensão num cilindro selado com plasticina e durante um período de atuação. É feita uma classificação consoante o efeito observado, que consiste em G (glazed), H (high) ou L (low) no caso dos ácidos e bases de alta e baixa concentração e V (visual) por ser tratar de uma classificação visual. Por exemplo, num ladrilho que tenha sido aplicado um ácido de alta concentração e que não tenha existido qualquer efeito visível da aplicação do agente classifica-se com GHA, a última letra da classificação, neste caso A corresponde à ausência de efeito visível, B corresponde à nítida modificação de aspeto da superfície e C à perda parcial ou total da superfície original. [24]

## **6.10. Abrasão superficial e abrasão profunda**

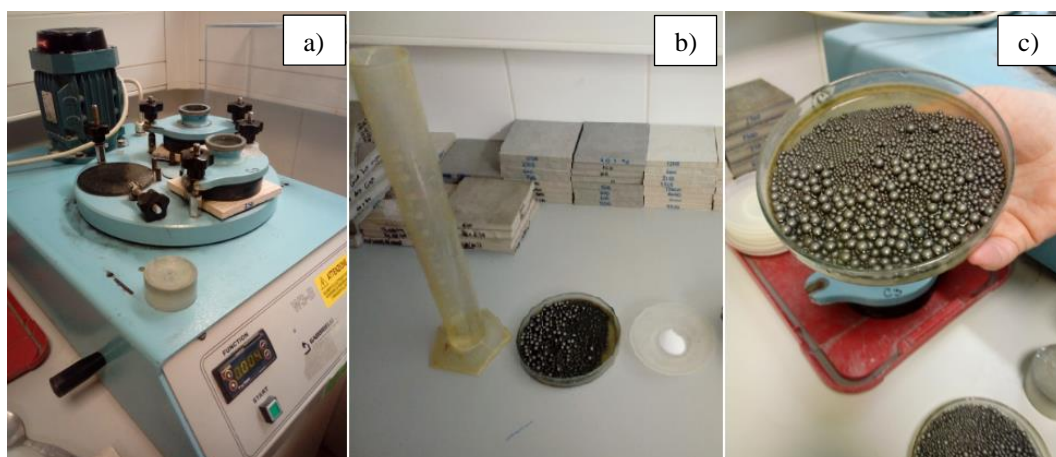
Os ensaios de abrasão simulam o desgaste, ao longo do tempo, da superfície das peças. Nas peças vidradas são realizados ensaios de abrasão superficial, enquanto as peças não vidradas são testadas de forma profunda. É ainda nas peças não vidradas decoradas que se fazem ensaios relativos à preservação da decoração.

### *6.10.1. Abrasão superficial*

A abrasão superficial é um ensaio realizado nas peças vidradas, para avaliação do desgaste da decoração. Determina-se a resistência do vidrado à abrasão por rotação de uma carga abrasiva sobre a superfície, comparando-se o resultado obtido com amostras não ensaiadas. Na determinação da resistência à abrasão superficial para ladrilhos vidrados, o ensaio é realizado segundo a NP EN ISO 10545-7. [26]

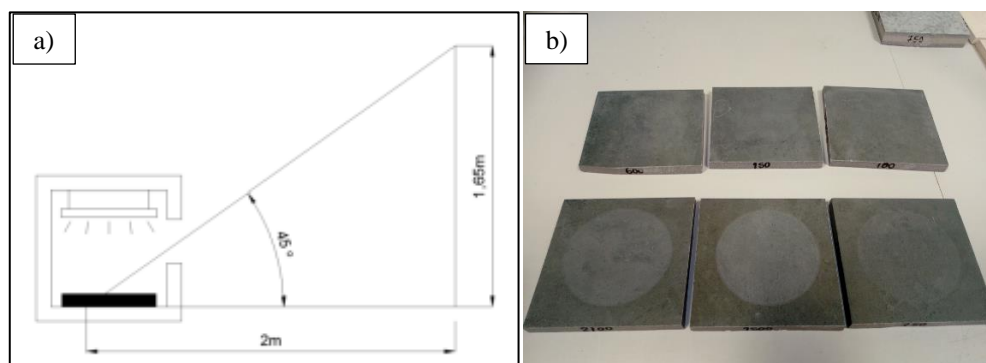
Além do abrasímetro é necessária uma carga abrasiva (corindum F80 de dureza 7 na escala de MOHS), esferas de aço e água (Figura 36). O procedimento consiste na colocação da câmara de abrasão sobre a superfície vidrada de cada amostra, seguidamente na introdução da carga abrasiva e na vedação. Seleciona-se o número de rotações que podem estar compreendidas entre 100 e 12000. No início, é aplicado um menor número de

rotações, aumentando sucessivamente até se observar desgaste na superfície. No final, lavam-se as amostras em água corrente e secam-se na estufa.



**Figura 36** – a) Abrasímetro; b) proveta com água, esferas de aço e corindum; c) esferas de aço de diferentes tamanhos utilizadas no ensaio de abrasão superficial.

Utiliza-se o Abralux para avaliar os resultados, este equipamento consiste numa câmara de observação equipada com luz fluorescente (figura 37).



**Figura 37** – a) Abralux [26]. b) Proveta submetidos a ensaios de abrasão superficial.

A classificação adotada é do Porcelain Enamel Institute (PEI), indicada na tabela 2.

**Tabela 2** - Classificação de ladrilhos cerâmicos vidrados.[27]

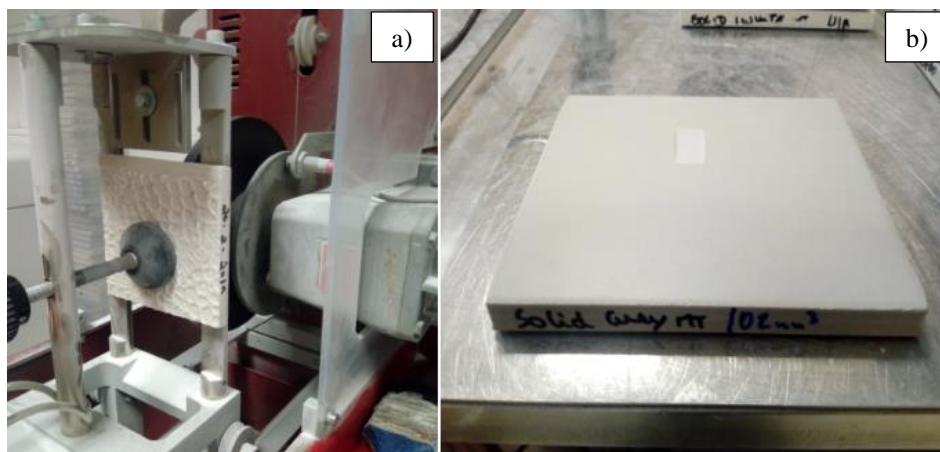
Estágio de abrasão; Falha visível às seguintes rotações:	Classe abrasão (PEI)
100	0
150	I
600	II
750, 1500	III
2100, 6000, 12000	IV
> 12000	V

A classe mais baixa corresponde a ladrilhos cerâmicos que não são indicados para pavimentação, enquanto que a mais elevada permite o uso em ambientes comerciais, públicos e industriais com alto tráfego. [27]

#### 6.10.2. Abrasão Profunda

A abrasão profunda é um ensaio realizado nas peças não vidradas. Determina-se a resistência à abrasão através da medição do comprimento da incisão causada por um disco rotativo, utilizando-se material abrasivo (Figura 38a). [28]

O procedimento consiste na colocação de uma amostra no abrasímetro de forma a tocar com a superfície no disco rotativo. Verifica-se se o material cai de forma uniforme na zona de desgaste com um débito de  $100 \pm 10 \text{ g}/100$  rotações. Coloca-se o disco a girar a 150 rotações por minuto (rpm). Remove-se o ladrilho do abrasímetro e mede-se o comprimento, L (Figura 38b), da corda de incisão, com aproximação de 0,5 mm. O valor de L corresponde a um determinado volume de material removido. [28]



**Figura 38** – a) abrasímetro. b) provete sujeito ao ensaio de abrasão profunda.

#### 6.11. Determinação da tensão de rutura

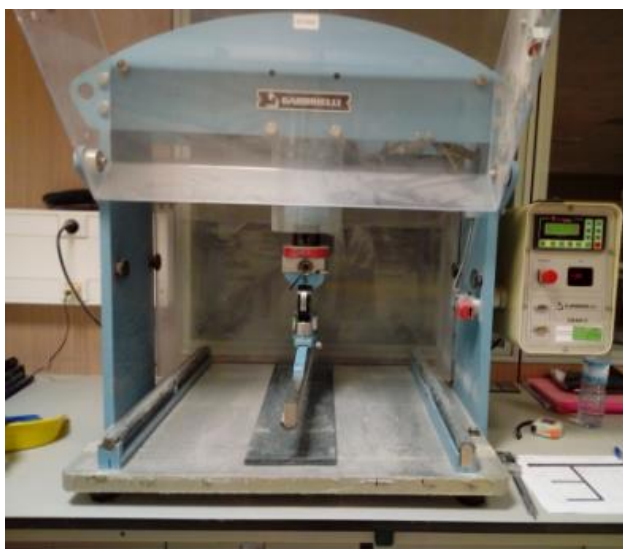
A tensão de rutura é determinada com os corpos de prova no estado verde, seco e cozido. Este depende da carga de rutura, da distância entre apoios, da espessura do corpo

de prova e da largura. É recorrendo ao tensómetro Crab – 2 (Figura 39), que se determina a tensão de rutura dos corpos cerâmicos.

Antes de se dar início ao ensaio é necessário posicionar no tensómetro a célula correspondente ao estado verde/seco ou cozido. De seguida liga-se o tensómetro e programa-se de forma a realizar os ensaios pretendidos, introduz-se a carga a aplicar consoante o estado do material, verde, seco ou cozido. Coloca-se a distância entre apoios pretendida, dependendo do formato a ensaiar e também a largura do corpo cerâmico. Após o seu posicionamento nos apoios e da introdução das informações anteriores dá-se início ao ensaio e após a rutura mede-se a espessura na zona de fratura, colocando-se o valor no equipamento este fornece os valores da carga de rutura e da tensão de rutura, calculando-os através da equação seguinte:

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2}, (equação\ 7)$$

Onde F (N) é igual à carga de rutura, L corresponde à distância entre apoios (mm), b (mm) à largura da peça e h (mm) à espessura.



**Figura 39** - Tensómetro Crab-2.

### 6.12. Colorimetria

Os colorímetros permitem conhecer o desvio da cor relativamente a um padrão, sendo possível estabelecer de forma objetiva critérios de qualidade e aceitação de cores. Estes aparelhos utilizam a comparação de cores, permitindo obter valores de variáveis denominadas por “L”, “a” e “b”, que remetem para uma escala de cores baseada em teorias acerca da percepção que o olho humano tem da cor. O valor de “L” representa o nível de luminosidade da amostra, sendo 0 totalmente negro e 100 totalmente branco, o valor de “a” positivo indica vermelho, enquanto um valor negativo remete para o verde, no caso de “b” um valor positivo indica amarelo e um valor negativo azul. [26, 29]

### 6.13. Teste do Escorregamento (pêndulo britânico)

Neste ensaio é avaliada a resistência ao escorregamento de revestimentos cerâmicos. O pêndulo britânico (Figura 40) é constituído por um pêndulo, com a extremidade revestida por uma borracha que é solto de um determinado ângulo e desliza numa faixa de 124-126 mm da superfície sob análise. O marcador regista o ângulo máximo atingido pelo pêndulo após o contacto com a superfície do revestimento. Quanto maior o coeficiente de atrito dinâmico da superfície, maior a resistência e a desaceleração imposta ao pêndulo e, portanto, o ângulo que o mesmo alcança no marcador. [30]



**Figura 40** - Pêndulo Britânico.[31]

### 6.14. Dataplucómetro

Este aparelho é utilizado na medição da planaridade de ladrilhos cerâmicos, para determinação da curvatura central, lateral e empeno. É utilizado juntamente com um

software que permite a aquisição contínua de dados e realiza os respetivos cálculos de desvios dimensionais. [26,31]

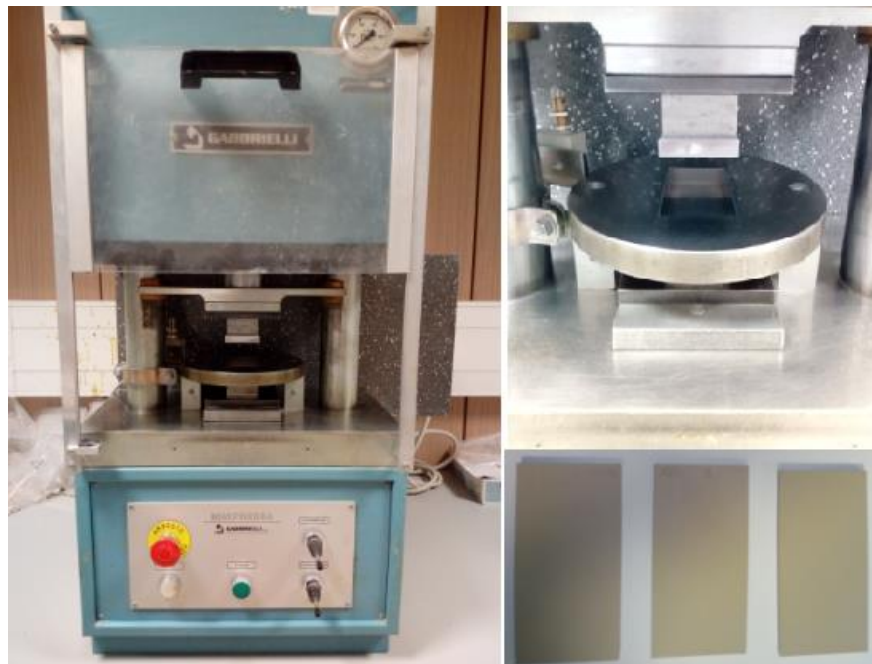
## 7. Parte experimental

No capítulo que se segue serão descritos os procedimentos efetuados em cada ensaio, no entanto a determinação da retração linear, perda ao rubro e absorção de água o procedimento efetuado já foi anteriormente descrito no capítulo “Determinações efetuadas em laboratório”, não sendo por isso abordados nesta secção.

Os ensaios que fizeram parte do estudo da influência da pressão de compactação nas propriedades tecnológicas do material foram executados na unidade fabril, enquanto os que constituíam o estudo da influência da temperatura máxima de cozedura foram efetuados no Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro.

### 7.1. Conformação de provetes

Na prensagem de provetes para ensaio, com dimensões de 50 mm × 100 mm utilizou-se uma miniprensa de marca Gabbrielli (Figura 41). O pó atomizado utilizado constitui uma das pastas usadas na produção de ladrilhos na unidade fabril.



**Figura 41** – Miniprensa hidráulica Gabbrielli.

Foi através de uma tabela de conversão (A.1, anexo A) que se fez corresponder a pressão no manómetro da miniprensa à pressão de prensagem específica do pó. O processo de conversão encontra-se no anexo A, tabela A.2.

Nos ensaios que incluem o estudo da influência da pressão de compactação foram aplicadas pressões específicas de 400, 450, 490 e 500 bar. Relativamente ao estudo da influência da temperatura de patamar foi apenas utilizada uma pressão específica de 500 bar na prensagem de provetes, pressão que originou os valores mais elevados na resistência à flexão.

O ciclo de prensagem utilizado consistiu na aplicação de uma primeira prensada a aproximadamente 180 bar, aliviando-se a pressão logo de seguida e procedeu-se à aplicação da segunda prensada, à pressão específica desejada, durante 5 segundos.

## **7.2. Cozedura dos provetes**

No estudo da influência da pressão de compactação nas propriedades tecnológicas do material, os provetes prensados a 400, 450, 490 e 500 bar foram cozidos no forno da unidade industrial, tendo sido sujeitos a um ciclo de cozedura de 70 minutos, com uma temperatura de patamar de 1215 °C.

No estudo da influência da temperatura de patamar foi utilizado um forno com aquecimento por resistências (elétrico), mas primeiramente foi preparado um ciclo de cozedura equivalente ao do forno industrial, através da utilização de anéis de Buller. A temperatura de anel obtida no forno industrial foi de 1148°C, com uma temperatura de patamar de 1215°C durante aproximadamente 5 minutos, enquanto que no forno elétrico a 1180°C durante 20 minutos, obteve-se uma temperatura de anel de 1139°C.



Os provetes conformados com a pressão específica de 500 bar foram cozidos de acordo com os ciclos térmicos expressos na tabela 3.

**Tabela 3** - Velocidade de aquecimento, temperaturas de sinterização e tempo de patamar no forno elétrico dos provetes conformados a 500 bar.

Velocidade de aquecimento (°C/min)	T <sub>máxima</sub> (°C)	t <sub>patamar</sub> (min)
20	1140	20
	1160	
	1180	

### 7.3. Caracterização das amostras

#### 7.3.1. Análise dilatométrica

A análise dilatométrica tem o objetivo de medir variações dimensionais provocadas pelo aquecimento ou arrefecimento e permite detetar zonas de contração ou dilatação bruscas. Mede-se a variação do tamanho da maior dimensão linear de um provete com um dilatómetro. As curvas dilatométricas que são os resultados obtidos tem como função auxiliar na previsão do comportamento durante a cozedura e são expressas na percentagem do comprimento inicial em função da temperatura.

Levou-se para o dilatómetro (Bahr Thermo Analyze DIL 801 L, Hüllhorst, Germany) uma amostra prensada de pó atomizado utilizado na conformação dos provetes. A temperatura máxima aplicada nas amostras foi de aproximadamente 1200°C, com uma taxa de aquecimento de 15°C/min.

#### 7.3.2. Determinação das fases cristalinas

O método de Difração de Raios-X (DRX) possibilita a determinação das fases cristalinas presentes. Esta determinação permite a previsão das propriedades do produto. Para o efeito foi utilizado o difratómetro (Rigaku Geigerflex D/Mac, C Series, Tokyo, Japan). A análise foi efetuada utilizando radiação Cu K $\alpha$ , com um passo de 0,02 s num intervalo de 5 a 90°.

#### 7.3.3. Determinação da absorção de água

Na determinação da absorção de água dos provetes cozidos e compactados a diferentes pressões, utilizou-se o método da imersão sob vácuo, explicado no capítulo anterior.

Os provetes cozidos a 1140°C, 1160°C e 1180°C (na Universidade) foram imersos em água em ebulição durante 2 horas. Calculou-se a absorção de água através da equação 6.

#### 7.3.4. Determinação da densidade aparente

A densidade aparente foi determinada com as amostras cozidas (a 1140°C, 1160°C e 1180°C), seguindo o princípio de Arquimedes, usando a equação:

$$\rho_{aparente} = \frac{m_{ar}}{m_{ar} - m_{\acute{a}gua}} \times \rho_{\acute{a}gua} \text{ (equação 8)}$$

Sendo  $m_{ar}$  a massa da amostra em ar (g),  $m_{\acute{a}gua}$  a massa da amostra imersa em água (g) e  $\rho_{\acute{a}gua}$  a densidade da água à temperatura ambiente (= 0,998 g/cm<sup>3</sup>) [33].

#### 7.3.5. Resistência à flexão

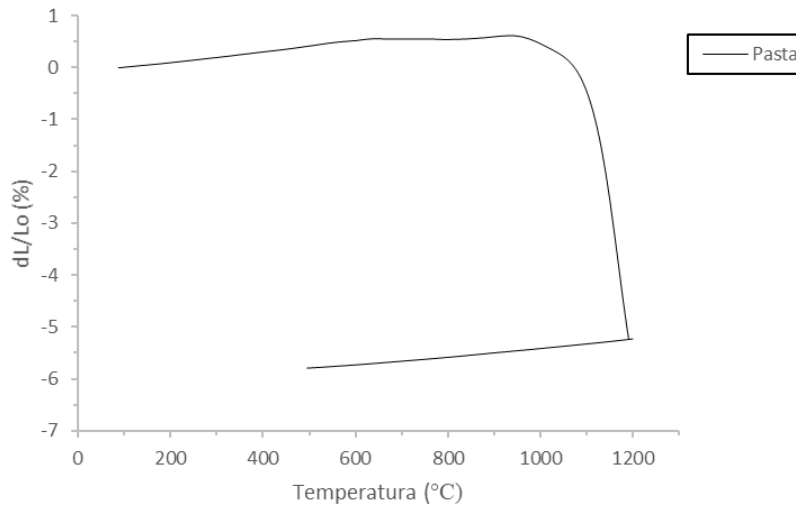
Os ensaios de flexão realizados nas instalações da unidade fabril foram efetuados utilizando-se o equipamento descrito no capítulo anterior (o tensómetro Crab-2). Foram testadas as amostras cozidas e prensadas a 400, 450, 490 e 500 bar, para estudar a influência da pressão de compactação. Utilizou-se a célula de 50 N nos provetes (em verde) e nas peças do ensaio industrial (em seco), a uma velocidade de 30 N/s. Nos provetes e nas peças sinterizadas utilizou-se a célula de 700 N a uma velocidade de 50 N/s e 76 N/s, respetivamente.

As amostras cozidas a diferentes temperaturas foram testadas no Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica, numa máquina de ensaios mecânicos Shimadzu Autograph AG 25 TA, Kyoto, Japan, a uma velocidade de 50 N/s e com a célula de carga de 20 kN.

## 8. Resultados

### 8.1. Dilatometria

A curva dilatométrica obtida encontra-se representada na figura 42.

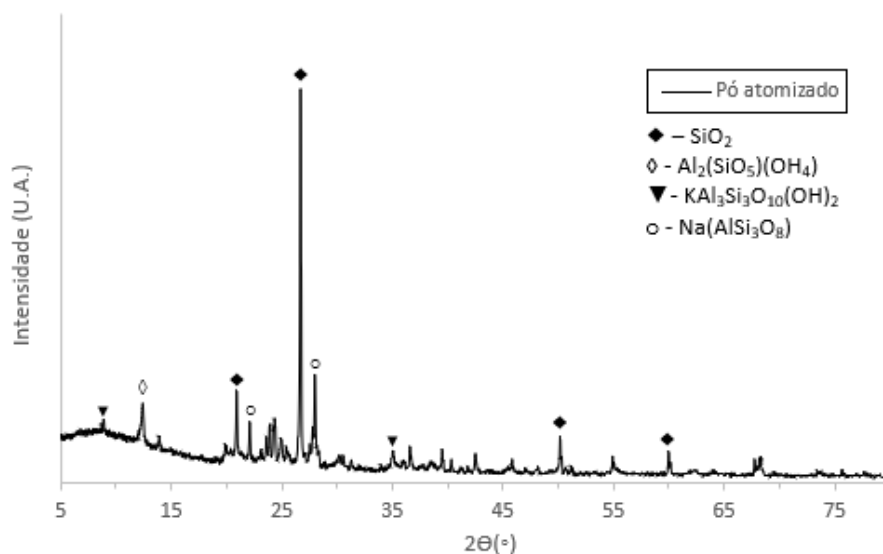


**Figura 52** – Curva dilatométrica correspondente à amostra prensada de pó atomizado utilizado na conformação de provetes.

Na sua análise observa-se que a amostra utilizada quando sujeita a um ciclo de cozedura sofre pequenas mudanças dimensionais, nomeadamente entre os 500°C e 600°C, devido à mudança que existe de quartzo- $\alpha$  para quartzo- $\beta$  onde é provocada uma expansão no material. A partir de aproximadamente 950°C, o material retrai devido ao surgimento da fase líquida.

### 8.2. Difração de raio-x

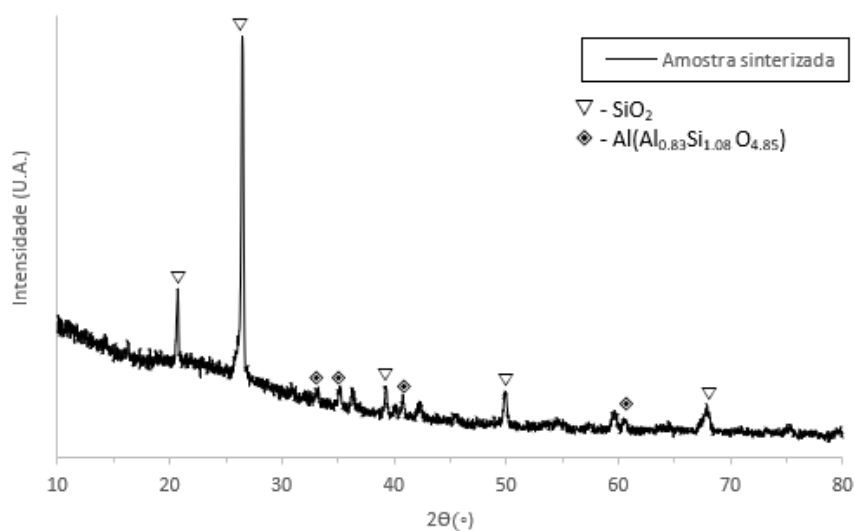
A figura 43 representa o difratograma de raios-X do pó atomizado utilizado na conformação dos provetes.



**Figura 43** - Difratoograma de raios-X do pó atomizado.

As fases cristalinas presentes são quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), caulinite ( $\text{Al}_2(\text{SiO}_5)(\text{OH}_4)$ ), muscovite ( $\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ) e albite ( $\text{Na}(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$ ), de acordo com as expectativas neste tipo de produtos, constituídos essencialmente por argilas, feldspatos e areias.

A Figura 44 representa o difratograma de raios-X da amostra cozida no forno industrial, utilizando o pó atomizado acima referido.



**Figura 44** - Difratoograma de raios-X da amostra cozida em forno industrial.

É visível o surgimento de uma fase amorfa/vítrea, enquanto os minerais argilosos e a albite foram consumidos/reagiram durante a sinterização. Nota-se a formação de uma

nova fase - mulite ( $\text{Al}(\text{Al}_{0,83}\text{Si}_{1,08}\text{O}_{4,85})$ ), que coexiste com quartzo por reagir ( $\text{SiO}_2$ , componente inerte). A presença de mulite contribui para o aumento de resistência mecânica da estrutura.

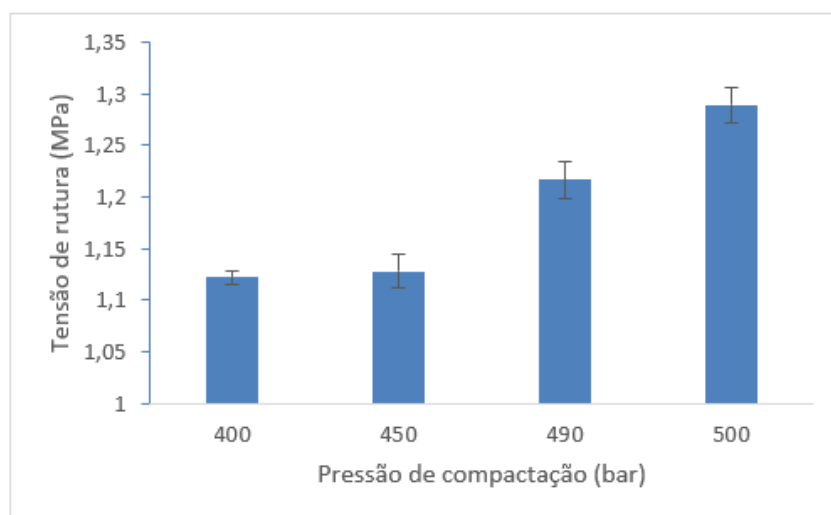
### 8.3. Influência da pressão de compactação

Como já se indicou, o estudo da influência da pressão de compactação foi realizado utilizando provetes conformados numa miniprensa (a 400, 450, 490 e 500 bar) e mais tarde foi feito um ensaio numa prensa industrial (peças prensadas a 440 e 490 bar).

As figuras e tabela seguintes mostram a evolução de características tecnológicas como a tensão de rutura em flexão (verde e cozido), retração seco/cozido, perda ao rubro e absorção de água.

#### 8.3.1. Ensaio na miniprensa

A Figura 45 mostra a variação da tensão de rutura dos provetes com a pressão de compactação. Os valores obtidos encontram-se na tabela B.1 do anexo B. Os corpos em verde devem possuir resistência mecânica suficiente para suportar a desmoldagem e as operações seguintes. Estabelece-se um valor mínimo de  $1 \text{ kg/cm}^2$ , cerca de  $0,1 \text{ MPa}$ . [33]. Os resultados mostram que os valores de tensão de rutura obtidos com as diferentes pressões de compactação aplicadas superam largamente o valor mínimo definido.

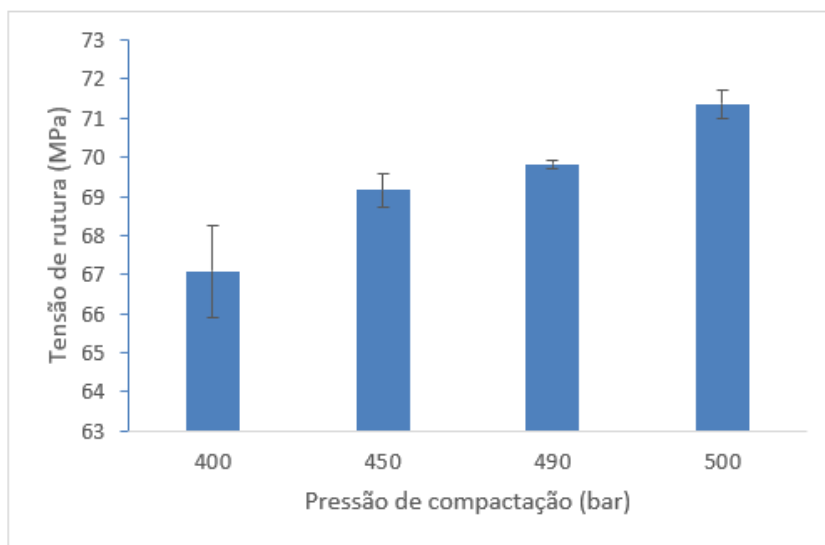


**Figura 45** – Tensão de rutura à flexão de amostras prensadas (em verde) em função da pressão de compactação.

O aumento da pressão de compactação incrementa o nível de densificação das amostras e reduz a porosidade, com óbvios ganhos de resistência mecânica. O incremento é mais pronunciado para pressões superiores a 450 bar.

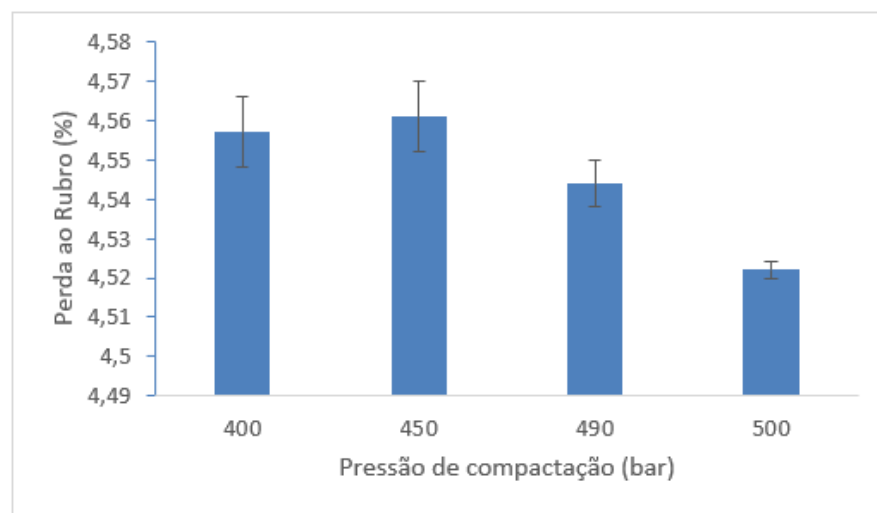
Após cozedura a tendência é semelhante, como se pode verificar pela análise da Figura 46. Os valores obtidos encontram-se na tabela B.2. do anexo B. o aumento da pressão e compactação de 400 para 500 bar aumenta a tensão de rutura à flexão em cerca de aproximadamente 6 %.

Pérez *et al.* (2012), num estudo semelhante com pressões de 10, 20, 30 e 40 MPa, verificaram aumento da tensão de rutura com o aumento da pressão de compactação, o que vai ao encontro dos resultados obtidos. Nesse estudo alcançaram-se aumentos de 50 % entre 10 MPa e 40 MPa, tendo sido obtidas percentagens de 27 % entre 20 MPa e 30 MPa e 3 % a pressões de 30 MPa e 40 MPa. [17]

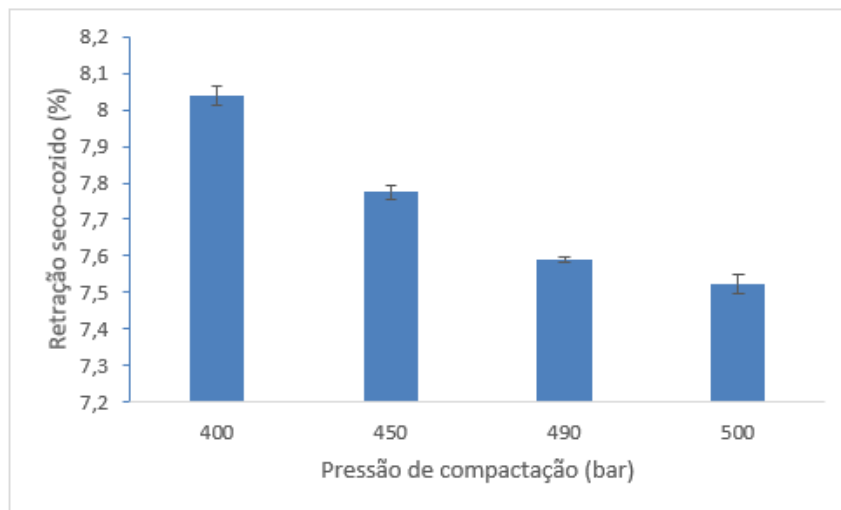


**Figura 46** - Tensão de rutura à flexão de amostras cozidas em função da pressão de compactação.

A Figura 47 apresenta os valores de perda ao rubro das amostras preparadas com diferente pressão de compactação, também listados na tabela B.3 do anexo B. Como se pode verificar, apesar de se observar uma diminuição da perda ao rubro com o aumento da pressão de compactação, eventual consequência da menor porosidade das peças embora as diferenças sejam pouco acentuadas. O mesmo facto justifica a diminuição de retração observada na Figura 48 (valores na tabela B.4 do anexo B). A maior compactação das partículas (à pressão mais elevada) poderia sugerir uma maior retração, devido ao maior número de contacto entre estas, resultando num aumento da reatividade. No entanto, a pressões mais baixas a quantidade de espaços é maior e na cozedura a evolução deste parâmetro é igualmente maior, desde que seja fornecida energia suficiente, que é o que se verifica neste caso, pressões mais baixas originam retrações mais elevadas.



**Figura 47** - Perda ao rubro de amostras conformadas com diferentes pressões de compactação.



**Figura 48** – Retração seco-cozido de amostras conformadas a diferentes pressões de compactação.

A tabela 4 mostra os valores de absorção de água das amostras cozidas. Os valores utilizados na determinação da absorção de água encontram-se na tabela B.5 do anexo B. O elevado grau de maturação de todas as amostras resulta em valores igualmente reduzidos.

**Tabela 4** - Valores de absorção de água de amostras conformadas com diferentes pressões de compactação e cozidas industrialmente.

Pressão específica de prensagem (bar)	Absorção de água (%)	Desvio Padrão
400	0,01	0,01
450	0,02	0,00
490	0,01	0,01
500	0,02	0,01

A influência da porosidade no módulo de elasticidade e na resistência à flexão tem sido amplamente estudada. Existem modelos que prevêm este efeito, uns que se baseiam em geometrias dos poros ou das partículas sólidas ou na área da secção transversal que suporta a carga, e outros em micro-mecanismos que envolvem a concentração de tensão em redor dos poros. Em qualquer dos casos a tendência é de decréscimo da resistência mecânica com o aumento da porosidade. [34]

A porosidade afeta negativamente as propriedades mecânicas como o módulo de Young, resistência à flexão, tenacidade à fratura, dureza, entre outras. É nos poros que se concentram as tensões e estes são a principal causa dos defeitos dos produtos cerâmicos,



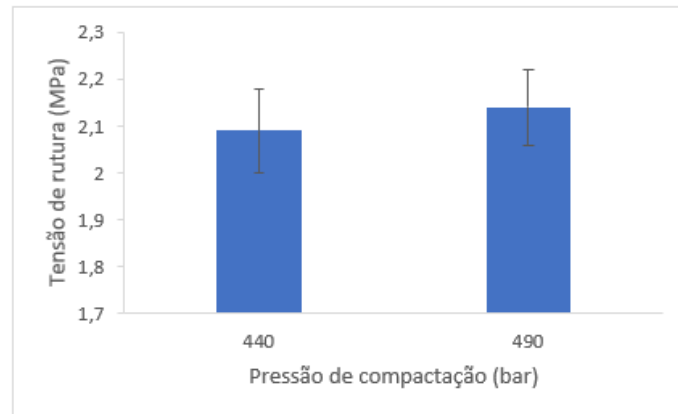
uma vez que as fissuras podem ser originadas nestas zonas de descontinuidade microestrutural. A porosidade aberta, que diz respeito aos poros que estão em contacto com a superfície do material, é mais prejudicial. [35]

Na sinterização via fase líquida, esta fase elimina porosidade e reduz a energia interfacial, substituindo a interface sólido-vapor de alta energia, pela interface sólido-sólido de baixa energia com o decréscimo de energia livre durante a sinterização. [17] A pressão de compactação tem uma grande influência na resistência mecânica em verde, no entanto o mesmo não é tão visível em cozido, pois as diferenças entre os valores obtidos de módulo de rutura são insignificantes. Altas pressões de compactação levam a corpos mais compactados em verde, com um menor volume de vazios o que favorece a eliminação de poros abertos pela fase líquida na cozedura. Pérez *et al.* (2011) verificou uma diminuição da porosidade fechada com o aumento da pressão de compactação [17], o que pode explicar os valores de módulo de rutura em cozido mais elevados.

#### 8.3.2. Ensaio na prensa industrial

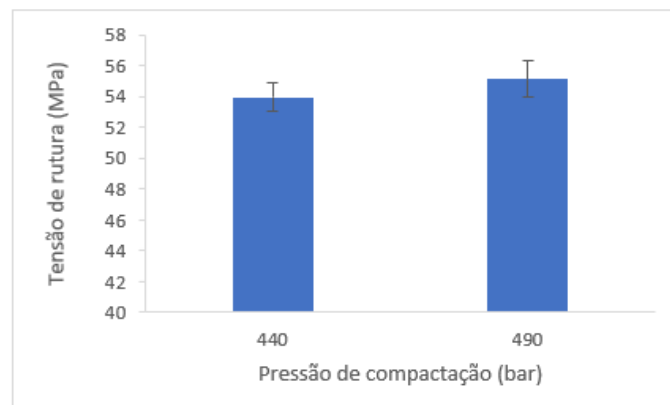
As peças utilizadas no ensaio têm dimensão 600 mm × 600 mm, tendo sido prensadas na prensa industrial SACMI PH 4800. As pressões de compactação utilizadas foram de 440 e 490 bar. O objetivo da realização deste ensaio foi tentar compreender se os efeitos observados na miniprensa Gabbrielli seriam também visíveis quando se aumenta a escala de produção, neste caso utilizando uma prensa industrial (os valores de pressão são semelhantes). As peças foram cozidas industrialmente, num ciclo de 70 minutos e à temperatura de patamar de 1215 °C.

Na figura seguinte observa-se a evolução da tensão de rutura à flexão com a pressão de compactação, de peças secas. Os valores obtidos encontram-se na tabela C.1 do anexo C.



**Figura 49** - Tensão de rutura à flexão de peças secas de grés porcelânico em função da pressão de compactação (prensa industrial).

Os resultados mostram um pequeno incremento da tensão de rutura com o aumento da pressão de compactação. Do mesmo modo a tensão de rutura das amostras cozidas (figura 50), cujos valores constam-se da tabela C.2 do anexo C, também aumenta ligeiramente com o aumento da pressão de compactação.

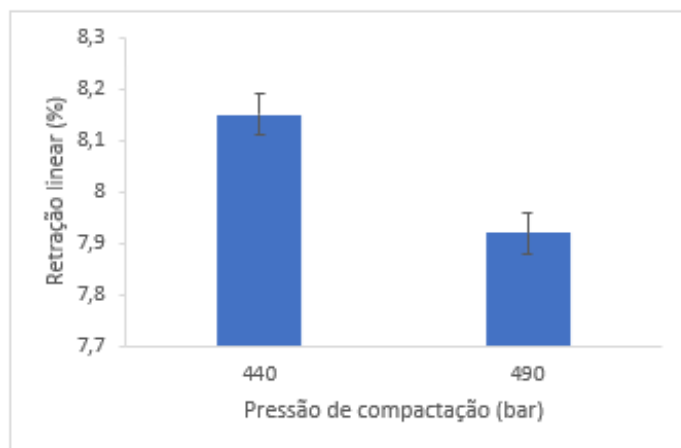


**Figura 50** - Tensão de rutura à flexão de peças de grés porcelânico cozidas em função da pressão de compactação.

Verificam-se diferenças relativamente aos valores obtidos nos ensaios anteriores onde foi utilizada a miniprensa, no entanto as dimensões das peças são diferentes. Desta forma, as peças da prensa industrial podem apresentar diferentes densidades ao longo da

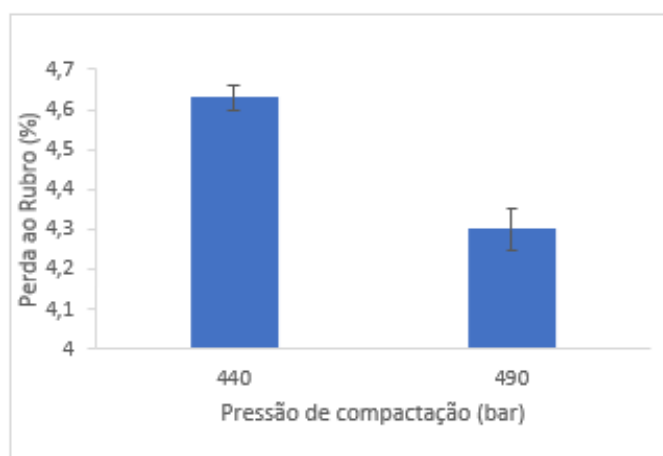
mesma devido à irregular distribuição do pó, bem como ao desgaste dos cunhos, o que pode justificar os resultados.

A diferença na retração seco/cozido das peças prensadas a diferentes pressões é semelhante à observada anteriormente, com as peças mais pequenas. Os valores obtidos encontram-se na tabela C.3 do anexo C.



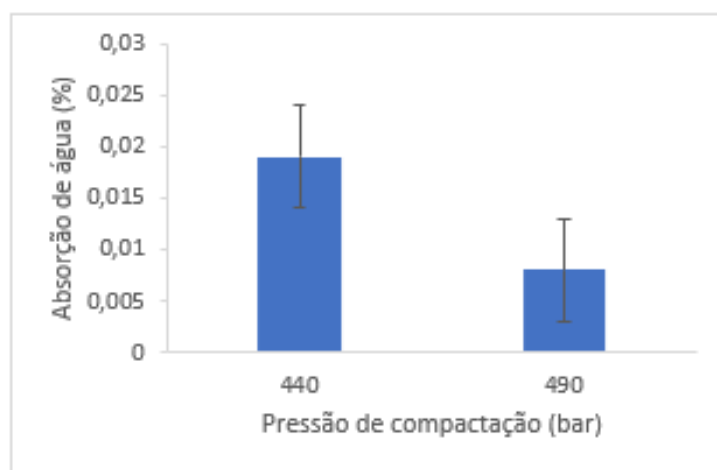
**Figura 51** - Retração seco-cozido de amostras de grés porcelânico em função da pressão de compactação.

A menor porosidade (vazios) presente nas amostras prensadas utilizando maior pressão de compactação justifica a diminuição dos valores de perda ao rubro, como anteriormente se discutiu (figura 52). Os valores obtidos encontram-se na tabela C.4, do anexo C.



**Figura 52** - Perda ao rubro de amostras de grés porcelânico em função da pressão de compactação.

Na Figura 53 apresentam-se os valores de absorção de água das amostras preparadas (os valores obtidos podem ser consultados na tabela C.5, do anexo C). Como seria espectável, os valores de absorção de água são muito pequenos (inferiores a 0,02%), ainda assim verifica-se uma diminuição com o aumento da pressão de compactação.



**Figura 53** - Absorção de água de amostras de grés porcelânico (após cozedura) em função da pressão de compactação.

#### 8.4. Influência da temperatura de patamar (ciclo de cozedura)

A tabela 5 apresenta os valores de densidade aparente e absorção de água de amostras cozidas a diferentes temperaturas utilizando um forno elétrico (laboratorial) e tempo de patamar de 20 minutos.

**Tabela 5** - Densidade aparente e absorção de água dos provetes sinterizados às temperaturas de 1140, 1160 e 1180°C.

Temperatura de patamar (°C)	Densidade aparente (g/cm <sup>3</sup> )	Absorção de água (%)
1140	2,375±0,004	0,000
1160	2,367±0,003	0,000
1180	2,328±0,056	0,000

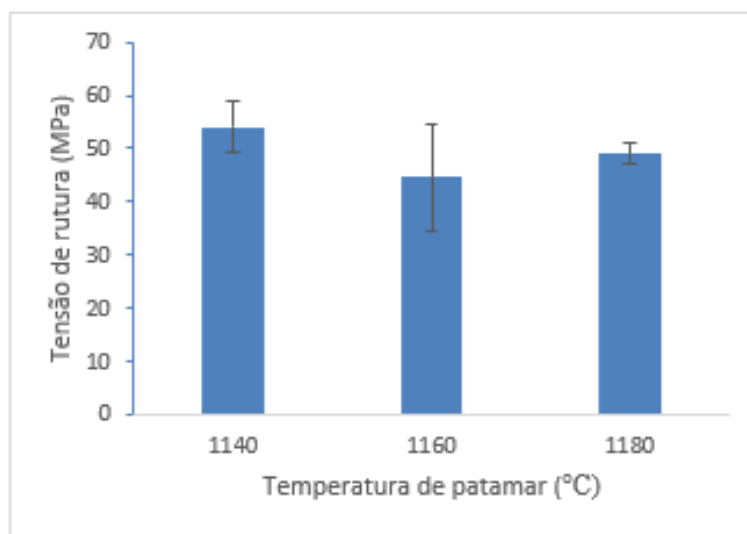
As diferenças nos valores de densidade não são significativas, sendo absorvidas pelo erro associado às medições (em especial nas amostras cozidas a temperatura superior). Todas as amostras apresentam valores de absorção de água nulos. Os valores utilizados no cálculo da densidade aparente e absorção de água encontram-se na tabela D.1 e D.2 do anexo D.

Os valores de retração linear das amostras cozidas a diferentes temperaturas patamar encontram-se na tabela 6. Os valores utilizados no cálculo da retração linear, encontram-se na tabela D.3, do anexo D. As diferenças entre os valores obtidos são pouco revelantes.

**Tabela 6** - Retração seco/cozido das amostras em função da temperatura de cozedura.

Temperatura de patamar (°C)	Retração seco/cozido (%)
1140	7,80±0,09
1160	7,63±0,05
1180	7,44±0,22

A Figura 54 mostra os valores da tensão de rutura das amostras. Os valores obtidos encontram-se na tabela D.4 do anexo D.



**Figura 54** - Valores da tensão de rutura em função da temperatura de cozedura.

As diferenças voltam a ser muito pequenas e estatisticamente difíceis de discutir, atendendo aos erros associados. Ainda assim o valor máximo regista-se em amostras cozidas a 1140°C, aquelas que possuíam valores de densidade aparente superiores e sofreram maior retração. A reduzida variação de resistência sugere grau de maturação semelhante e garante constância de desempenho num intervalo amplo de temperaturas, situação ideal em condições industriais.

As diferenças entre os valores de resistência mecânica são baixas e é importante ressaltar que os valores obtidos no forno elétrico são sempre superiores ao valor exigido pela norma. [3]

## **9. Conclusão**

O processamento cerâmico industrial engloba um conjunto de etapas e processos complexos, nos quais estão envolvidos instrumentos e métodos específicos com o objetivo final: obter um produto que corresponda ou supere as necessidades dos clientes. Desde a obtenção das matérias-primas, à preparação da pasta, passando pela moagem, atomização, prensagem, secagem, vidragem e decoração, cozedura, retificação, escolha, embalamento chegando por fim ao controlo de qualidade, cada fase encerra variáveis sujeitas a controlo.

Ao longo do estágio, além do acompanhamento do dia-a-dia da unidade fabril, procurou-se estudar o efeito de algumas variáveis nas características tecnológicas de corpos cerâmicos de grés porcelânico.

No estudo da influência da pressão de compactação, os resultados obtidos apontam para um aumento da resistência mecânica com o aumento da pressão de compactação. Com pressões de compactação da ordem de 400 bar foram obtidos valores de tensão de rutura de aproximadamente 1,1 MPa, enquanto com 500 bar foram obtidos valores de aproximadamente 1,3 MPa, em amostras verdes. Após cozedura a tensão de rutura à flexão dos provetes prensados a 400 MPa foi de 67,1 MPa, aumentando para 71,4 MPa para amostras prensadas a 500 bar. O ganho observado traduz um grau de maturação superior, resultante do incremento da reatividade associada a maior compactação.

Os corpos cerâmicos sofreram maior retração quando prensados com menor pressão, indicando possuírem maior volume de espaços vazios. Este facto é coerente com a

maior porosidade e menores valores de tensão de ruptura. A porosidade atua negativamente na resistência mecânica, pois os poros são concentradores de tensões e estes são a principal causa dos defeitos nos produtos cerâmicos. Os valores de absorção de água foram muito reduzidos ( $< 0,02\%$ ), cumprindo por larga margem os requisitos normativos. O ensaio industrial confirmou estas tendências.

O estudo da influência da temperatura de patamar nas propriedades das peças preparadas realizado em contexto laboratorial carece de validação industrial. Os resultados foram inconclusivos, uma vez que os provetes cozidos a temperatura mais baixa sofreram maior retração e apresentaram densidade aparente e resistência mecânica superior, o que não era expectável. Dificuldades experimentais em assegurar reprodutibilidade nos ciclos térmicos podem justificar as observações, enquanto as reduzidas variações e os erros associados às medições podem também mascarar a esperada evolução das propriedades. Por outro lado, a quase invariância nas propriedades traduz grau de maturação semelhante e estabilidade experimental nos ensaios realizados no forno elétrico.

## 10.Referências

- [1] Pavigrés Grupo. [Online]. Disponível em: <http://pavigres.com/pt/institucional> (17/12/2018).
- [2] Feri & Masi. [Online]. Disponível em: <http://feri-masi.com/pt> (17/12/2018).
- [3] NP EN 14411:2017, Pavimento e revestimentos cerâmicos - Definições, classificação, características, avaliação e verificação da regularidade do desempenho e marcação. Portugal: Instituto Português da Qualidade. 41-43.
- [4] HECK, C. – Gres Porcelanato. **Cerâmica Industrial**. 01:04/05 (1996) 21-24.
- [5] ROSSO, J.; CUNHA, E. S.; ROJAS-RAMIREZ, R. A. - Características Técnicas e Polimento de Porcellanatos. 10:4 (2005) 11-14.
- [6] FONSECA, A.T. - **Tecnologia do Processamento Cerâmico**. Lisboa: Universidade Aberta, 2000.
- [7] CASASOLA, R.; RINCÓN, J. Ma; ROMERO, M. – Glass – ceramic glazes for ceramic tiles: a review. **Journal of Materials Science**. 47:2 (2012) 553-582.
- [8] CRUZ, X. – **Ajuste de processos fabris na minimização de defeitos nos vidrados de revestimento de monoporosa**. Aveiro: Universidade de Aveiro, 2015. Dissertação de mestrado.
- [9] OLIVEIRA, H. – **Evolução da composição de vidrados mates para revestimento de monoporosa e pavimento de grés porcelânico: substituição do ZnO**. Aveiro: Universidade de Aveiro, 2008. Dissertação de mestrado.
- [10] SARABANDO, A. – **Uso de granilhas em suspensão para grés porcelânico**. Aveiro: Universidade de Aveiro, 2011. Dissertação de mestrado.
- [11] ALBERO, J.L. A. - A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte I: O Preenchimento das Cavidades do Molde. **Cerâmica Industrial**. 5:5 (2000) 23-28.



- [12] MELCHIADES, Fábio Gomes – **Estudo Comparativo Entre as Tecnologias Via Úmida e Via Seca para a Preparação de Massas de Porcelanatos**. São Carlos: Universidade Federal de São Carlos, 2011. Tese de Doutorado.
- [13] Relação entre Variáveis de Processo e as Curvas de Compactação e Microestruturas Obtidas. [Online]. Disponível em: <https://www.ipen.br/biblioteca/2011/eventos/18135.pdf> (10/12/2018).
- [14] ALBERO, J.L. A. - A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte II: A Compactação. **Cerâmica Industrial**. 5:6 (2000) 14-20.
- [15] REED, J. S., **Principles of Ceramics Processing**. 2.<sup>a</sup> ed. New York: John Wiley & Sons, Inc, 1995.
- [16] Novas técnicas de decoração. [Online]. Disponível em: <https://pt.slideshare.net/camilalamberti/novas-tecnicas-decoracao-apresentacao-junho2009> (26/12/2018).
- [17] PÉREZ, J. M.; RINCÓN, J. Ma.; ROMERO, M. – Effect of moulding pressure on microstructure and technological properties of porcelain stoneware. **Ceramics Internacional**. 38 (2012) 317-325.
- [18] CONTARTESI, F. – **Efeito das Condições de Queima e Densidade Aparente Sobre a Sobrequeima em Porcelanato**. São Carlos: Universidade Federal de São Carlos, 2015. Dissertação de Mestrado.
- [19] MARTÍN-MÁRQUEZ, J.; RINCÓN, J. Ma.; ROMERO, M. – Effect of firing temperature on sintering of porcelain stoneware tiles. **Ceramics International**. 34 (2008) 1867-1873.
- [20] MARTÍN-MÁRQUEZ, J.; RINCÓN, J. Ma.; ROMERO, M. - Effect of microstructure on mechanical properties of porcelain stoneware. **Journal of the European Ceramic Society**. 30:15 (2010) 3063-3069.

- [21] NOVAIS, R. M; SEABRA, M. P.; LABRINCHA, J. A. – Lightweight dense/porous bi-layered ceramic tiles prepared by double pressing. **Journal of Materials Processing Technology**. 216 (2015) 169-177.
- [22] Cahier 3778: 2018, Revêtements de sol Céramiques: Détermination de la résistance aux taches, acides et bases des carreaux céramiques. França: CSTB. 18.
- [23] ISO 10545-14: 2015, Ceramic Tiles – Part 14: Determination of resistance to stains. Switzerland: ISO. 1-8.
- [24] NP EN ISO 10545-13: 2004, Pavimentos e revestimentos cerâmicos – Parte 13: Determinação da resistência química. Portugal: Instituto Português da Qualidade. 5-11.
- [25] Cahier 3778: 2018, Revêtements de sol Céramiques: Détermination de la résistance aux taches, acides et bases des carreaux céramiques. França: CSTB. 18.
- [26] LOPES, V. E. A. – **Desenvolvimentos recentes na normalização de revestimentos cerâmicos, colas e argamassas de juntas**. Lisboa: Universidade Nova de Lisboa, 2012. Dissertação de Mestrado.
- [27] Resistência à abrasão superficial (PEI) [Online]. Disponível em: [https://www.iau.usp.br/pesquisa/grupos/arqtema/guiaceramica-completo/02/content/02010307\\_resistencia\\_abrasao\\_superficial](https://www.iau.usp.br/pesquisa/grupos/arqtema/guiaceramica-completo/02/content/02010307_resistencia_abrasao_superficial) (30/06/2019).
- [28] NP EN ISO 10545-6: 2004, Pavimentos e revestimentos cerâmicos – Parte 6: Determinação da resistência à abrasão profunda para ladrilhos não vidrados. Portugal: Instituto Português da Qualidade. 5-8.
- [29] Measuring Color using Hunter L,a,b versus CIE 1976 L\*a\*b\* - AN – 1005b [Online]. Disponível em: <https://support.hunterlab.com/hc/en-us/articles/204137825-Measuring-Color-using-Hunter-L-a-b-versus-CIE-1976-L-a-b-AN-1005b> (30/06/2019).
- [30] SCORISA, M.M.; LOT, A. V.; MELCHIADES, F. G.; BOSCHI, A. O. – Breve Descrição dos Métodos de Avaliação da Resistência ao Escorregamento de Revestimentos Cerâmicos. **Cerâmica Industrial**. 21: 3 (2016), 9.

[31] Dataplucometers DHZ3 [Online]. Disponível em: <http://77.72.25.58/pagine/step400353gb.htm> (30/06/2019).

[32] SILVA, A. R. – **Processamento de suspensões de metal duro em meio aquoso**. Aveiro: Universidade de Aveiro, 2018. Dissertação de mestrado.

[33] BRESCIANI, A.; GRAZIANI, G.P.; RICCI, C. – New grés porcellanato tile manufacturing tecnology: pre-pressing dry decoration and green cutting. **Interceram**. 51 (2002) 380-386.

[34] YOSHIMURA, H. N.; MOLISANI, A. L.; SIQUEIRA, G.R.; CAMARGO, A. C.; NARITA, N. E.; CESAR, P.F.; GOLDENSTEIN, H. – Efeito da porosidade nas propriedades mecânicas de uma alumina de elevada pureza. **Cerâmica**. 51 (2005) 239-251.

[35] FONSECA, M. H. de F.; BARBOSA, M. P. S.; VILAR, Z. T.; LUCENA JUNIOR, U. P.; LOBO, C. J. de S. - Estudo da influência da porosidade em Materiais Cerâmicos. 22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. (2016) 1341 – 1352.

## 11. Anexos

### 11.1. Anexo A

**Tabela A.1** - Tabela de conversão utilizada na miniprensa Gabbrielli.

<b>Pressão no manómetro (bar)</b>	<b>Força de prensagem (kgf)</b>	<b>Pressão no manómetro (bar)</b>	<b>Força de prensagem (kgf)</b>
10	1801,04	120	21612,54
15	2701,56	125	22513,05
20	3602,09	130	23413,58
25	4502,60	135	24314,10
30	5403,13	140	25214,63
35	6303,65	145	26115,14
40	7204,18	150	27015,67
45	8104,69	155	27916,19
50	9005,22	160	28816,72
55	9905,74	165	29717,23
60	10806,27	170	30617,76
65	11706,78	175	31518,28
70	12607,31	180	32418,81
75	13507,83	185	33319,32
80	14408,36	190	34219,85
85	15308,87	195	35120,87
90	16209,40	200	36020,90
95	17109,92	205	36921,41
100	18010,45	210	37821,94
105	18910,96	215	38722,46
110	19811,59	220	39622,99
115	20712,01		

É sugerida a seguinte forma de conversão pelo fabricante da miniprensa: quando se pretende aplicar uma pressão específica no pó de 400 kgf/cm<sup>2</sup> numa secção de 5×10 cm, a força de prensagem deverá ser 400×5×10=20000kgf=20 ton e no manómetro deverá ler-se uma pressão de aproximadamente 115 bar. Na tabela seguinte a conversão foi efetuada utilizando a forma de conversão anterior:

**Tabela A.2** - Valores de pressão específica no pó, obtenção da força de prensagem e valores correspondentes de pressão no manómetro.

<b>Pressão específica no pó (bar)</b>	<b>Obtenção da força de prensagem</b>	<b>Pressão no manómetro (bar)</b>
400	400×5×10 = 20 000 kg	115
450	450×5×10 = 22 500 kg	125
490	490×5×10 = 24 500 kg	135
500	500×5×10 = 25 000 kg	140

## 11.2. Anexo B

**Tabela B.1** - Valores de tensão de rutura, carga de rutura, respetiva médias e desvio padrão obtido com os provetes em verde, consoante as diferentes pressões de compactação.

Pressão de compactação (bar)	Velocidade (N/s)	Tensão de rutura (MPa)	Média (MPa)	Desvio Padrão	Carga de rutura (N)	Média (N)	Desvio Padrão
500	3	1,305	1,289	0,017	22,5	23,2	0,7
		1,272			23,9		
490		1,240	1,217	0,018	23,3	22,9	0,3
		1,203			22,6		
		1,229			23,1		
		1,197			22,5		
450		1,118	1,134	0,016	21,6	21,9	0,3
		1,149			22,2		
400		1,118	1,122	0,006	21,6	21,7	0,1
		1,118			21,6		
		1,118			21,6		
		1,133			21,9		

**Tabela B.2** - Valores de tensão de rutura, carga de rutura e respetiva média e desvio padrão obtido com os provetes em cozido prensados a diferentes pressões.

Pressão de compactação (bar)	Velocidade (N/s)	Tensão de rutura (N/mm <sup>2</sup> )	Média (MPa)	Desvio Padrão	Carga de rutura (N)	Média (N)	Desvio Padrão
500	50	71,006	71,362	0,356	1196	1202	6
		71,718			1208		
490		69,700	69,819	0,119	1174	1176	2
		69,938			1178		
450		68,728	69,155	0,427	1193	1183	11
		69,582			1172		
400		65,906	67,087	1,181	1144	1153	21
		68,268			1185		

**Tabela B.3** - Valores referentes à perda ao rubro calculados a partir da massa dos provetes secos e cozidos e respetiva média e desvio padrão.

<b>Pressão de compactação (bar)</b>	<b>Massa provete seco (g)</b>	<b>Massa provete cozido (g)</b>	<b>Perda ao Rubro (%)</b>	<b>Média (%)</b>	<b>Desvio Padrão</b>
500	70,28	67,10	4,525	4,522	0,002
	70,30	67,12	4,523		
	70,36	67,18	4,520		
	70,35	67,17	4,520		
490	70,83	67,61	4,546	4,544	0,006
	70,56	67,35	4,549		
	70,34	67,15	4,535		
450	70,14	66,95	4,548	4,561	0,009
	70,26	67,05	4,569		
	70,28	67,07	4,567		
400	70,25	67,04	4,569	4,557	0,009
	70,15	66,96	4,547		
	70,27	67,07	4,554		

**Tabela B.4** - Valores da dimensão em seco e cozido dos provetes e respetiva retração linear, média e desvio padrão.

<b>Pressão de compactação (bar)</b>	<b>Dimensão em seco (mm)</b>	<b>Dimensão em cozido (mm)</b>	<b>Retração seco/cozido (%)</b>	<b>Média</b>	<b>Desvio Padrão</b>
500	100,45	92,93	7,49	7,52	0,03
	100,45	92,91	7,51		
	100,45	92,86	7,56		
	100,50	92,92	7,54		
490	100,45	92,83	7,59	7,59	0,01
	100,40	92,77	7,60		
	100,40	92,79	7,58		
	100,45	92,83	7,59		
450	100,40	92,56	7,81	7,77	0,02
	100,40	92,61	7,76		
	100,40	92,61	7,76		
	100,40	92,60	7,77		
400	100,50	92,38	8,08	8,04	0,03
	100,45	92,39	8,02		
	100,45	92,38	8,03		
	100,45	92,40	8,01		

**Tabela B.5** - Valores de massa dos provetes sinterizados e ensopados e respetiva absorção de água, média e desvio padrão consoante as diferentes pressões de compactação.

<b>Pressão de compactação (bar)</b>	<b>Massa provete cozido (g)</b>	<b>Massa provete húmido (g)</b>	<b>Absorção de água (%)</b>	<b>Média (%)</b>	<b>Desvio Padrão</b>
500	67,11	67,11	0,00	0,01	0,01
	67,13	67,14	0,02		
	67,18	67,20	0,03		
	67,18	67,18	0,00		
490	67,43	67,44	0,02	0,02	0,00
	67,63	67,64	0,02		
	67,37	67,38	0,02		
450	66,97	66,97	0,00	0,01	0,01
	67,00	67,01	0,02		
	67,08	67,09	0,02		
	67,10	67,10	0,00		
400	67,06	67,07	0,02	0,02	0,01
	66,98	66,99	0,02		
	67,08	67,10	0,03		
	67,05	67,05	0,00		

### 11.3. Anexo C

**Tabela C.1** – Valores de tensão e carga de rutura obtidos com o ensaio realizado com as peças em seco e respetivas média e desvio padrão.

Pressão de compactação (bar)	Velocidade (N/s)	Tensão de rutura (MPa)	Média (MPa)	Desvio Padrão	Carga de rutura (N)	Média (N)	Desvio Padrão
490	3	2,262	2,139	0,093	188,9	177,5	8,9
		2,115			176,6		
		2,039			167,1		
440		2,164	2,093	0,081	180,7	174,8	6,8
		2,134			178,3		
		1,980			165,3		

**Tabela C.2** – Valores de tensão e carga de rutura obtidos com o ensaio realizado com as peças sinterizadas e respetiva média e desvio padrão.

Pressão de compactação (bar)	Velocidade (N/s)	Tensão de rutura (MPa)	Média (MPa)	Desvio Padrão	Carga de rutura (N)	Média (N)	Desvio Padrão
490	76	54,404	55,113	1,180	3406	3452	77
		54,158			3390		
		56,776			3561		
440		52,697	53,976	0,909	3435	3443	24
		54,731			3418		
		54.500			3475		

**Tabela C.3** - Valores das dimensões em seco e cozido das peças e respetiva retração linear, média e desvio padrão.

Pressão de compactação (bar)	Dimensão em seco (mm)	Dimensão em cozido (mm)	Retração linear (%)	Média (%)	Desvio Padrão
490	656,04	603,98	7,94	7,92	0,04
	656,11	604,03	7,94		
	655,99	603,99	7,93		
	656,40	604,15	7,96		
	656,15	604,70	7,84		
440	656,29	602,90	8,13	8,15	0,04
	656,24	603,12	8,09		
	656,24	602,42	8,2		
	656,16	602,42	8,19		

**Tabela C.4.** - Valores de massa das peças secas e sinterizadas obtidos e respetiva perda ao rubro, média e desvio padrão.

Pressão de compactação (bar)	Massa provete seco (g)	Massa provete cozido (g)	Perda ao rubro (%)	Média (%)	Desvio Padrão
490	8800	8425	4,26	4,30	0,05
	8830	8455	4,25		
	8975	8585	4,35		
	8965	8575	4,35		
440	8910	8495	4,66	4,63	0,03
	8815	8410	4,59		
	8825	8415	4,65		



**Tabela C.5** - Valores de massa de peças sinterizadas e ensopadas e respetiva absorção de água, média e desvio padrão.

<b>Pressão de compactação (bar)</b>	<b>Massa provete cozido (g)</b>	<b>Massa provete húmido (g)</b>	<b>Absorção de água (%)</b>	<b>Média (%)</b>	<b>Desvio padrão</b>
490	1063,99	1064,01	0,002	0,008	0,005
	1112,88	1113,05	0,015		
	1042,38	1042,42	0,004		
	1044,92	1044,96	0,004		
	1048,69	1048,83	0,013		
	1050,27	1050,40	0,012		
440	1047,24	1047,50	0,025	0,019	0,005
	1051,11	1051,26	0,014		
	1094,44	1094,60	0,015		
	1053,34	1053,56	0,021		
	1051,48	1051,74	0,025		
	1061,05	1061,18	0,012		

#### 11.4. Anexo D

**Tabela D.1** – Valores de massa dos provetes sinterizados com diferentes temperaturas de patamar, massa aparente dos mesmos e da respetiva densidade aparente, média e desvio padrão.

<b>Temperatura de patamar (°C)</b>	<b>Massa do provete cozido (mm)</b>	<b>Massa aparente do provete (mm)</b>	<b>Densidade aparente (%)</b>	<b>Média (%)</b>	<b>Desvio Padrão</b>
1180	67,310	38,703	2,348	2,328	0,026
	67,190	38,522	2,339		
	67,284	38,541	2,336		
	67,259	38,576	2,340		
	67,201	38,446	2,332		
	67,365	37,774	2,272		
1160	67,213	38,866	2,366	2,367	0,002
	67,158	38,846	2,367		
	67,309	38,937	2,368		
	67,253	38,914	2,368		
	67,323	38,942	2,367		
	67,243	38,851	2,364		
1140	67,273	38,998	2,374	2,375	0,002
	67,234	39,007	2,377		
	67,226	38,996	2,377		
	67,178	38,975	2,377		
	67,264	38,947	2,371		
	67,219	38,985	2,376		

**Tabela D.2** – Valores de massa dos provetes cozidos e húmidos e respetiva absorção de água.

<b>Temperatura de patamar (°C)</b>	<b>Massa provete cozido (g)</b>	<b>Massa provete húmidos (g)</b>	<b>Absorção de água (%)</b>
1180	67,310	67,308	0,000
	67,190	67,189	0,000
	67,284	67,283	0,000
	67,259	67,258	0,000
	67,201	67,200	0,000
	67,365	67,365	0,000
1160	67,213	67,212	0,000
	67,158	67,157	0,000
	67,309	67,308	0,000
	67,253	67,253	0,000
	67,323	67,322	0,000
	67,243	67,242	0,000
1140	67,273	67,272	0,000
	67,234	67,234	0,000
	67,226	67,225	0,000
	67,178	67,177	0,000
	67,264	67,263	0,000
	67,219	67,219	0,000

**Tabela D.3** – Dimensão dos provetes em seco e cozido e respetiva retração linear, média e desvio padrão.

<b>Temperatura de patamar (°C)</b>	<b>Dimensão provete seco (mm)</b>	<b>Dimensão provete cozido (mm)</b>	<b>Retração seco/cozido (%)</b>	<b>Média (%)</b>	<b>Desvio Padrão</b>
1180	100,60	92,97	7,58	7,44	0,13
	100,58	93,09	7,45		
	100,60	93,18	7,38		
	100,58	93,11	7,43		
	100,58	93,32	7,22		
	100,60	92,97	7,58		
1160	100,61	92,97	7,59	7,63	0,04
	100,62	92,98	7,59		
	100,61	92,88	7,68		
	100,60	92,88	7,67		
	100,59	92,95	7,60		
	100,61	92,93	7,63		
1140	100,58	92,79	7,75	7,80	0,06
	100,60	92,70	7,85		
	100,57	92,72	7,81		
	100,61	92,79	7,77		
	100,62	92,83	7,74		
	100,58	92,64	7,89		

**Tabela D.4** - Velocidade de aplicação da carga, tensão e carga de rutura e respetiva média e desvio padrão, obtidos a partir de provetes sinterizados a diferentes temperaturas.

Temperatura de patamar (°C)	Velocidade (N/s)	Tensão de rutura (MPa)	Média	Desvio Padrão	Carga de rutura (N)	Média	Desvio Padrão
1180	50	50,032	48,969	1,974	874,608	859,459	35,618
		48,873			870,295		
		51,904			913,159		
		45,935			808,493		
		48,263			837,933		
		48,806			852,267		
1160		43,394	44,602	9,963	470,725	720,784	211,669
		35,837			616,751		
		50,046			853,723		
		57,650			993,859		
		49,878			863,723		
		30,808			525,891		
1140		55,692	54,087	4,693	955,159	924,949	76,934
		59,420			1011,23		
		51,972			878,957		
		56,203			962,903		
		47,149			816,495		